

\*PI 04092430\*  
\*PI 04092430\*



**REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL**  
MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO, INDÚSTRIA E COMÉRCIO EXTERIOR  
**INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL**

## CARTA PATENTE N° PI 0409243-0

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: PI 0409243-0

(22) Data do Depósito: 07/04/2004

(43) Data da Publicação do Pedido: 28/10/2004

(51) Classificação Internacional: C08B 11/20; C08B 37/00; C11D 3/22

(30) Prioridade Unionista: 09/04/2003 US 60/461,866

(54) Título: COMPOSIÇÕES DE CUIDADO PESSOAL OU CUIDADO DOMÉSTICO E COMPOSIÇÃO PARA CONDICIONAR SUPERFÍCIE

(73) Titular: HERCULES INCORPORATED, Sociedade Norte-Americana. Endereço: Hercules Plaza, 1313 North Market Street, Wilmington, Delaware 19894-0001, Estados Unidos da América (US).

(72) Inventor: PAQUITA ERAZO-MAJEWICZ; JASHAWANT J. MODI; ZU-FENG XU

Prazo de Validade: 10 (dez) anos contados a partir de 07/07/2015, observadas as condições legais.

Expedida em: 7 de Julho de 2015.

Assinado digitalmente por:

**Liane Elizabeth Caldeira Lage**  
Diretora de Patentes Substituta

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "COMPOSIÇÕES DE CUIDADO PESSOAL OU CUIDADO DOMÉSTICO E COMPOSIÇÃO PARA CONDICIONAR SUPERFÍCIE".

### Campo da Invenção

5 A presente invenção refere-se ao uso de composições de polissacarídeo catiônico oxidado em composições de cuidado pessoal e domésticas.

## Antecedentes da Invenção

Polissacarídeos catiônicos e outros polímeros foram usados amplamente em produtos domésticos e de cuidado pessoal para realizar uma função no produto final, que varia de espessamento até condicionamento de um substrato. Dependendo da aplicação, o substrato pode ser cabelo, pele ou material têxtil.

15 Polissacarídeos catiônicos são usados em produtos de cuidado de cabelo para prover condicionamento ao cabelo. Em produtos de cuidado de pele, estes mesmos polímeros podem prover efeitos de condicionamento à pele. Quando incorporados em formulações de amaciamento de pano e detergente, estes mesmos polímeros podem prover características de condicionamento, amaciamento, antibolinha, retenção de cor e antiestática a pa-  
20 nos.

Agentes de condicionamento de cabelo realizam suas funções na cutícula, ou na bainha externa das escamas queratinizadas sobre a superfície da fibra de cabelo. As escamas da cutícula são dispostas de forma sobreposta como as telhas sobre um telhado. A estrutura da célula da cutícula é constituída de uma camada A, a exocutícula, e uma camada B, a endocutícula. A camada A externa clara, constituída de proteínas contendo enxofre, protege o cabelo contra dano químico, físico e ambiental. Consequentemente, a condição da cutícula determina a condição do cabelo, e produtos de condicionamento de cabelo são voltados para o aumento e restauração da camada de haste da cutícula. Uma cutícula intacta é responsável pela resistência, brilho, maciez, suavidade e manejabilidade de cabelo. (Conditioning Agents for Hair & Skin, Ed. R. Schueller and P. Romanowski,

Marcel Dekker, Inc. NY, N.Y., 1999).

Medições de penteabilidade por via seca e úmida são métodos de teste típicos usados para medir o desempenho de condicionamento em aplicações com xampu e condicionador. Polímeros de condicionamento catiônicos comerciais no mercado foram relatados reduzir a força de penteação por via úmida experimentada na penteação de cabelo úmido por 30%-50% em relação ao xampu não contendo polímero.

Historicamente, apenas polímeros catiônicos de alto peso molecular foram usados nos produtos de limpeza, e foi sugerido que apenas polímeros catiônicos de alto peso molecular podem fornecer o efeito de condicionamento desejado em sistemas de limpeza (V. Andre', R. Norenberg, J. Rieger, P. Hoessel, Proceedings, XXI<sup>st</sup> IFSCC International Congress 2000, Berlin, páginas 189-199). No entanto, polímeros de condicionamento de guar catiônicos de alto peso molecular, disponíveis no mercado, têm suas desvantagens, tais como incompatibilidade com sistemas de tensoativo usados em xampu, produtos de lavagem do corpo, condicionadores, cuidado com a pele, cuidado com o sol, produtos de lavanderia etc. Além disso, eles contribuem para a viscosidade de produto final, que pode não ser desejável. Polímeros de guar catiônicos de alto peso molecular são também conhecidos como sendo difíceis de se dispersarem e se dissolverem em solução aquosa.

A patente U.S. N°. 6.210.689 B1 descreve o uso de uma composição de goma guar anfotérica que contém grupos catiônicos e aniónicos ligados a sua cadeia principal para tratamento de substâncias com queratina. Esta composição é usada em sistemas aquosos de cosméticos tais como xampus, sprays tópicos, produtos de cuidado dental e produtos contendo fragrâncias e/ou agentes antimicrobianos.

A patente U.S. N°. 5.756.720 descreve um processo para a produção de uma composição de poligalactomanano tendo grupos não iônicos e catiônicos ligados à cadeia principal. Esta patente descreve a realização de alta claridade ótica nas formulações de tensoativo de limpeza com esta composição. Os poligalactomananos catiônicos de hidroxipropila desta com-

posição, no entanto, demonstraram carecer de desempenho de condicionamento, como descrito na WO 99/36054.

A patente U.S. N°. 5.489.674, descreve um processo para a preparação de goma de poligalactomanano e uma composição de goma de poligalactomanano preparadas por um processo específico que inclui processamento de álcool aquoso. O produto é descrito como dando 85-100% de transmitância a comprimentos de onda entre 500-6000 nm a 0,5 parte de polímero em 100 partes de uma solução aquosa. O uso deste material em aplicações de cuidado pessoal é descrito.

10 O Pedido JP Hei 10 [1998]-36403 descreve uma composição cosmética que usa um produto de degradação de poligalactomanano que tem 80% ou mais de sua distribuição de peso molecular dentro da faixa de 4.500 a 35.000 para o uso em produtos de cuidado de cabelo e de pele.

15 As patentes U.S. N° 5.480.984 e 6.054.511 descrevem uma composição de polissacarídeo de baixa viscosidade de alto teor de sólidos e um método de produção da composição por reação de um polissacarídeo e agente de oxidação de peróxido de hidrogênio para produzir um produto com um teor de sólido de cerca de 20% a cerca de 50% e uma viscosidade abaixo de 9500 mPa.s a 25°C. Éteres de celulose, guar e derivados de guar são 20 descritos como polissacarídeos que têm uma ampla variedade de usos tais como em cosméticos.

25 O pedido de patente U.S. N°. de série 20030199403 A1 descreve uma composição de xampu de um tensoativo deterativo, um derivado de guar catiônico, e um veículo aquoso. O derivado de guar catiônico tem uma densidade de carga de desde cerca de 1,25 meq/g a cerca de 7 meq/g e um peso molecular de desde cerca de 10.000 a cerca de 10.000.000.

30 HEC catiônico, tal como Ucare Polymer JR400® tendo uma alta substituição catiônica foi citada pelo fabricante como causando problemas de montagem/penteado depois do uso repetido. Um fabricante recomendou o uso de HEC catiônico tendo baixos níveis de substituição catiônica para eliminar questões de montagem/penteado. ("Cationic Conditioners that Revitalize Hair and Skin", Amerchol Product Literature, WSP801, julho de 1998).

Moldagem/penteado foi definido por este fabricante como a ligação de um polímero a um substrato, tornando-se mais difícil de remover o polímero a partir do substrato em tratamentos de limpeza subseqüentes.

Uma necessidade ainda existe no mercado para um polímero de condicionamento catiônico que tem ampla compatibilidade de tensoativo, e pode fornecer formulações domésticas e de cuidado pessoal com bom desempenho de condicionamento. A presente invenção satisfaz esta necessidade por prover polímeros de condicionamento catiônicos que não apenas têm bom desempenho de condicionamento com ampla compatibilidade de tensoativo, mas também são econômicos para formular em composições onde claridade não é necessariamente uma questão.

#### Breve Sumário da Invenção

A presente invenção refere-se a composições domésticas e de cuidado pessoal compreendendo pelo menos um polissacarídeo oxidado, catiônico ou seu derivado tendo um peso molecular médio por carga (Pm) com um limite inferior de 50.000 e um limite superior de 1.000.000 tendo uma funcionalidade de aldeído a um nível de pelo menos 0,001 meq/grama.

O polissacarídeo oxidado, catiônico ou seu derivado pode de preferência ter uma viscosidade de Brookfield a 10% em peso de sólidos do polissacarídeo a 25°C usando-se um eixo 4 a 30 rpm com um limite inferior de 30 cps e um limite superior de 20.000 cps, com a condição de que se a viscosidade do polissacarídeo está acima de 20.000 cps, então a viscosidade de Brookfield é medida a um teor de sólidos de 10% em peso a 25°C usando-se um eixo 4 a 0,3 rpm tem um limite inferior de 20.000 cps e um limite superior de 2.000.000. Esta faixa de viscosidade é particularmente preferida com poligalactomananos oxidados, catiônicos.

Esta invenção ulteriormente refere-se a um método de produção de uma composição doméstica ou de cuidado pessoal compreendendo adição de um polissacarídeo oxidado, catiônico a uma composição doméstica ou de cuidado pessoal contendo pelo menos um ingrediente ativo outro que não o polissacarídeo oxidado, catiônico desta invenção.

Descrição Detalhada da Invenção

De acordo com esta invenção, surpreendentemente verificou-se que os polissacarídeos oxidados, catiônicos desta invenção podem fornecer o efeito de condicionamento ou lubrificação desejado nos produtos de limpeza como xampus, xampus dois em um (isto é, limpa e condiciona o cabelo), xampus três em um (isto é, limpa, condiciona e fornece modelagem), condicionadores, géis de chuveiro, sabões líquidos, produto de lavagem do corpo, produtos de modelagem, géis/cremes de barbear, limpadores de corpo, e sabões em barra. Os polímeros desta invenção fornecem as propriedades de condicionamento e lubrificação de boa redução de força de penteação por via seca e úmida ao cabelo quando incorporados em uma ampla faixa de sistemas de tensoativo de xampu de limpeza onde tais propriedades são desejadas. Os polímeros desta invenção também fornecem a propriedade de lubrificação ou condicionamento de sensação mais macia à pele quando incorporados em cuidado com a pele, cuidado com o sol, produtos de lavagem do corpo, limpadores de corpo e sabões em barra.

Efeitos de lubrificação e de condicionamento similares são esperados em formulações de produto de limpeza doméstica ou com base em tensoativo onde desempenho de condicionamento é desejado, tais como detergente de prato, detergente de lavanderia, amaciante de pano, e produtos antiestático. Condicionamento em amaciante de pano e em detergente de lavanderia refere-se a prover uma sensação mais macia, antibolinha, retenção de cor a pano e eliminar efeitos estáticos.

A funcionalidade catiônica do polissacarídeo ou polissacarídeo derivatizado pode ser adicionado à cadeia principal por métodos conhecidos. Por exemplo, o material de polissacarídeo pode ser reagido por um tempo suficiente e a uma temperatura suficiente com reagentes de alquilação de amônio quaternário ou amino terciário, tal como cloreto de 2-dialquilamino-ética e compostos de amônio quaternário tais como cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamônio, e cloreto de 2,3-epóxi-propiltrimetilamônio. Exemplos preferidos incluem sais de glicidiltrialquilamônio e sais de 3-halo-2-hidroxipropiltrialquilamônio tais como cloreto de glicidiltrimetilamônio, cloreto

de glicidiltrietilamônio, cloreto de glicidiltripropilamônio, cloreto de glicidiletil-dimetilamônio, cloreto de glicidildietilmelamônio, e seus brometos e iodetos correspondentes; cloreto de 3-cloro-2- hidroxipropiltrimetilamônio, cloreto de 3-cloro-2- hidroxipropiltetramônio, cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiltripropilamônio, cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiletildimetilamônio, e seus brometos e iodetos correspondentes; e compostos de amônio quaternário tais como halatos de compostos contendo anel de imidazolina.

Os polissacarídeos catiônicos podem também conter outros grupos substituintes tais como substituintes não iônicos, isto é, hidroxialquila em 10 que a alquila representa uma porção de hidrocarboneto reta ou ramificada tendo de 1 a 30 átomos de carbono (por exemplo, hidroxietila, hidroxipropila, hidroxibutila) ou substituintes aniónicos, tais como grupos carboximetila são opcionais. Estes substituintes opcionais estão ligados ao polímero de polissacarídeo pela reação com reagentes tais como (1) óxidos de alquíleno (por 15 exemplo, óxido de etíleno, óxido de propíleno, óxido de butíleno) para se obter grupos hidroxietila, grupos hidroxipropila ou grupos hidroxibutila, ou com (2) ácido clorometila acético para se obter um grupo carboximetila. O processo para a preparação de poligalactomanano derivatizado é bem conhecido na técnica.

20 Polissacarídeos podem ser oxidados por vários reagentes e métodos conhecidos, tais como (1) por oxidantes bioquímicos, tal como galactose oxidase, (2) oxidantes químicos, tal como peróxido de hidrogênio, (3) métodos físicos usando-se agitação de alta velocidade e máquinas de cisalhamento, (4) métodos térmicos, e (5) misturas destes reagentes e métodos.

25 De acordo com esta invenção, os polissacarídeos oxidados, catiônicos usados para produzir composições de cuidado pessoal ou cosméticas com boas propriedades de condicionamento são de preferência produzidos por uso de reagente oxidativo ou sozinho ou em mistura com outros reagentes, incluindo reagentes bioquímicos, que reduzem peso molecular e/ou 30 introduzem grupos funcionais oxidados. A fim de alcançar ótimos resultados, é necessário incluir a etapa oxidativa no processo ou totalmente ou alternativamente com outros reagentes.

- Agentes oxidativos incluem qualquer reagente que incorpore átomos de oxigênio na estrutura do polímero. Alguns reagentes de oxidação podem também agir para reduzir peso molecular do polímero. Exemplos destes agentes de oxidação de dupla função são peróxidos, perácidos, per-sulfatos, permanganatos, percloratos, hipoclorito, e oxigênio. Exemplos de agentes oxidativos bioquímicos que não reduzem peso molecular são oxidases. Exemplos específicos de oxidases úteis nesta invenção são galactose oxidase, e outros agentes de oxidação bioquímicos conhecidos por aqueles versados na técnica.
- 10 A incorporação de um agente de oxidação no processo para a preparação dos produtos desta invenção demonstrou ser útil, pelo fato de que polímeros catiônicos preparados com o uso de um agente de oxidação têm solubilidade maior em uma faixa mais ampla de sistemas de tensoativo comumente usados em composições domésticas e de cuidado pessoal do
- 15 que polímeros catiônicos que não foram tratados com um agente de oxidação.

Como mencionado acima, incorporação de um agente de oxidação no processo para a preparação dos produtos que são usados para produzir composições domésticas e de cuidado pessoal desta invenção introduz

20 grupos aldeído na composição de polímero. Estes polímeros demonstraram conter pelo menos 0,001 miliequivalente de aldeído por grama (meq/g). O limite superior do teor de aldeído é cerca de 1,0 meq/g.

De acordo com a presente invenção, o polissacarídeo oxidado, catiônico ou seu derivado em geral tem um limite inferior de grau catiônico

25 de substituição (DS) de cerca de 0,001 e um limite superior de cerca de 3,0. De preferência, o limite inferior do DS catiônico é 0,01 e mais de preferência 0,05. De preferência, o limite superior do DS catiônico é 2,0, mais de preferência 1,0, e ainda mais de preferência 0,25. O polissacarídeo oxidado, catiônico ou seu derivado da presente invenção em geral tem um peso molecu-

30 lar médio por peso (Pm) com um limite inferior de cerca de 50.000 e um limite superior de cerca de 1.000.000. De preferência, o limite inferior do Pm é cerca de 75.000 e mais de preferência cerca de 100.000. O limite superior

do Pm de preferência é cerca de 600.000, mais de preferência cerca de 300.000, e ainda mais de preferência cerca de 150.000.

De acordo com a presente invenção, o ingrediente ativo de cuidado pessoal deve prover algum benefício ao corpo do usuário. Produtos de cuidado pessoal inclui produtos de cuidado com o cabelo, cuidado com a pele, cuidado com o sol, e cuidado oral. Exemplos de substâncias que podem adequadamente estar incluídas, mas não são limitadas a, nos produtos de cuidado pessoal de acordo com a presente invenção são como se segue:

- 1) Perfumes, que causam uma resposta olfativa na forma de um fragrância e perfumes desodorantes que além de prover uma resposta de fragrância pode também reduzir mal odor do corpo;
- 2) Refrigerantes de pele, tais como mentol, acetato de mentila, mentil pirrolidona carboxilato N-etyl-p-mentano-3-carboxamida e outros derivados de mentol, que causam uma resposta tátil na forma de uma sensação refrescante sobre a pele;
- 3) Emolientes, tais como isopropilmiristato, materiais de silicone, óleos minerais e óleos vegetais que causam um resposta tátil na forma de um aumento na lubricidade da pele;
- 4) Desodorantes outros que não perfumes, cuja função é reduzir o nível de ou eliminar microflora na superfície da pele, especialmente aqueles responsáveis pelo desenvolvimento de mal odor do corpo. Precursors de desodorantes outros que não perfumes podem também ser usados;
- 5) Ingredientes ativos antitranspirantes, cuja função é reduzir ou eliminar a aparência de transpiração na superfície da pele;
- 6) Agentes de umectação, que mantém a umidade da pele ou por adicionar umidade ou evitar que se evapore da pele;
- 7) Agentes de limpeza, que removem sujeira e óleo da pele;
- 8) Ingredientes ativos de proteção solar, que protegem a pele e cabelo contra raios UV e outros raios de luzes nocivos do sol. De acordo com esta invenção uma quantidade terapeuticamente eficaz normalmente será de 0,01 a 10% em peso, de preferência de 0,1 a 5% em peso da composição;

- 9) Agentes de tratamento de cabelo, que condicionam o cabelo, limpam o cabelo, desembaraçam o cabelo, agem como agente de modelagem, agentes de brilho e volumizadores, agentes anticaspa, promotores de crescimento do cabelo, corantes e pigmentos de cabelo, perfumes de cabelo, relaxadores de cabelo, agente de descoloração de cabelo, umidificadores de cabelo, agente de tratamento de óleo de cabelo e agente antifrisamento;
- 5 10) Agentes de cuidado oral, tais como dentífricos e líquidos para limpeza bucal, que limpam, branqueiam, desodorizam e protegem os dentes e a gengiva;
- 10 11) Adesivos de dentadura que provêm propriedades de adesão a dentaduras;
- 12) Produtos de barbear, tais como cremes, géis e loções e fai-
- xas lubrificantes de lâmina de aparelho de barbear;
- 13) Produtos de papel de toalete, tais como tecidos de umecta-
- 15 14) Auxiliares de beleza, tais como pós de base, batões, e cui-
- dado de olhos; e
- 15 16) Produtos têxteis, tais como lenços de limpeza e/ou umecta-
- ção, e fraldas
- 20 16) Produtos de cuidado de unha tal como substância para polir
- unha.
- De acordo com a presente invenção, o ingrediente ativo de cui-
- dado doméstico deve prover algum benefício para o usuário. Exemplos de
- substâncias que podem ser adequadamente incluídos, mas não limitadas a,
- 25 de acordo com a presente invenção são como se segue:
- 1) Perfumes, que causam uma resposta olfativa na forma de um
- fragrância e perfumes desodorantes que além de prover uma resposta de
- fragrância pode também reduzir odor;
- 2) Agente repelente de inseto cuja função é afastar insetos de
- 30 uma área particular ou de ataque à pele;
- 3) Agente de geração de bolha, tais como tensoativos que ge-
- ram espuma ou espuma de sabão;

- 4) Desodorizador de animal de estimação tais como piretrinas que reduz odor de animal de estimação;
- 5) Agentes e ingredientes ativos de xampu de animal de estimação, cuja função é remover sujeira, material estranho e germes a 05 superfícies de pelo e pele e condicionam a pele e o pelo;
- 6) Barra de grau industrial, gel de banho, ingredientes ativos de sabão líquido que removem germes, sujeiras, gordura e óleo da pele, sanitizam a pele, e condicionam a pele;
- 7) Agentes de limpeza para todas as finalidades, que removem sujeira, óleo, gordura, germes da superfície em áreas tais como cozinhas, banheiros, instalações públicas;
- 8) Ingredientes de desinfecção que matam ou previnem crescimento de germes em uma intalação pública ou doméstica;
- 9) Ingredientes ativos de limpeza de estofamento e tapete que suspendem e removem sujeira e partículas estranhas das superfícies e também fornecem amaciamento e perfumes;
- 10) Ingredientes ativos amaciantes de lavanderia que reduzem estática e tornam a sensação de pano mais gordura macio;
- 11) Ingredientes de detergente de lavanderia que removem sujeira, óleo, gordura manchas e matam germes;
- 12) Detergentes de lavagem de prato que removem manchas, alimento, germes;
- 13) Agentes de limpeza de vaso sanitário que removem manchas, matam germes e desodorizam;
- 14) Ingredientes ativos de "prespotter" de lavanderia que ajudam na remoção de manchas de roupas;
- 15) Agente de engomagem de pano que aumenta a aparência do pano;
- 17) Ingredientes ativos de limpeza de veículo que removem sujeira, gordura, etc. a partir de veículos e equipamento;
- 18) Agente de lubrificação que reduz fricção entre as peças; e
- 19) Produtos têxteis, tais como lençóis de desinfecção ou de-

sempoamento.

A lista acima de ingredientes ativos domésticos e de cuidado pessoal é apenas exemplo e não é uma lista completa de ingredientes ativos que possam ser usados. Outros ingredientes que são usados nestes tipos de 5 produtos são bem conhecidos na indústria. Além dos ingredientes expostos acima convencionalmente usados, a composição de acordo com a presente invenção pode opcionalmente também incluir, mas não limitada a, ingredientes tais como um colorante, conservante, antioxidante, suplementos nutricionais, hidróxi ácido alfa e beta aumentador de atividade, emulsificadores, polímeros funcionais, agentes de viscosificação (tais como sais, isto é, NaCl, NH<sub>4</sub>Cl & KCl, polímeros solúveis em água, isto é, hidroxietilcelulose, e álcoois graxos, isto é, álcool cetílico; materiais incháveis com água, tais como argila e sílica), álcoois tendo de 1-6 carbonos, gorduras ou compostos graxos (isto é, amidas graxas e ésteres de ácido graxo e éteres de polietileno 10 glicol de álcool graxo), composto antimicrobiano, piritona de zinco, material de silicone, polímero de hidrocarboneto, emolientes, óleos, tensoativos, medicamentos, sabores, fragrâncias, agentes de suspensão (isto é, goma de xantano, carbômero, argila e sílica) e suas misturas.

De acordo com a presente invenção, exemplos de polímeros 20 funcionais que podem ser usados em misturas com os polissacarídeos oxidados, catiônicos ou seus derivados desta invenção incluem polímeros solúveis em água tais como homopolímeros de ácido acrílico tais como produto de Carbopol® e copolímeros de ácido acrílico anfotéricos e aníônicos, homopolímeros de vinilpirrolidona e copolímeros de vinilpirrolidona catiônicos; polímeros celulósicos não iônicos, catiônicos, aníônicos e anfotéricos tais como hidroxietilcelulose, hidroxipropilcelulose, carboximetilcelulose, hidroxipropilmetylcelulose, hidroxietilcelulose catiônica, carboximetilhidroxietilcelulose catiônica, e hidroxipropilcelulose catiônica; argila; homopolímeros de acrilamida 25 e copolímeros de acrilamida catiônicos, anfotéricos e hidrofóbicos, copolímeros e polímeros de polietileno glicol, poliéteres hidrofóbicos, polieteracetais hidrofóbicos, poliuretanos hidrofobicamente modificados e outros polímeros 30 chamados de polímeros associativos, polímeros celulósicos hidrofóbicos,

copolímeros de óxido de polietileno-propileno e polissacarídeos não iônicos, aniónicos, hidrofóbicos, anfotéricos e catiônicos tais como xantano, quitosano, carboximetil guar, alginatos, hidroxipropil guar, cloreto de hidroxipropiltrimetilamônio de carboximetil guar, cloreto de hidroxipropiltrimetilamônio 5 guar, cloreto de hidroxipropiltrimetilamônio de hidroxipropil guar.

De acordo com a invenção, os materiais de silicone que podem ser usados são, em particular, poliorganossiloxanos que são insolúveis na composição e podem estar na forma de polímeros, oligômeros, óleos, ceras, resinas ou gomas.

10 Os organopolissiloxanos são definidos em mais detalhes em Walter Noll's "Chemistry and Technology of Silicones" (1968) Academic Press. Eles podem ser voláteis ou não voláteis.

Se voláteis, os silicones são mais particularmente escolhidos daqueles tendo um ponto de ebulição entre 60°C. e 260°C., e ainda mais 15 particularmente de:

(i) silicones cílicos contendo de 3 a 7 e de preferência de 4 a 5 átomos de silício. Estes são, por exemplo, octametilciclotetrassiloxano vendido em particular sob o nome "Volatile Silicone 7207" pela Union Carbide ou "Silbione 70045 V 2" pela Rhone-Poulenc, decametil- ciclopentassiloxano 20 vendido sob o nome "Volatile Silicone 7158" pela Union Carbide, e "Silbione 70045 V 5" pela Rhone-Poulenc, e suas misturas.

Referência pode também ser feita de misturas de silicones cílicos com compostos de organossilicone, tais como a mistura de octametilciclotetrassiloxano e tetratrimetilsililpentaeritritol (50150) e a mistura de octametilciclotetrassiloxano e óxi-1,1'-bis(2,2,2',2',3,3'-hexatrimetilsiloxi) neopen-tano;

(ii) silicones voláteis lineares tendo de 2 a 9 átomos de silício e tendo uma viscosidade de menos do que ou igual a  $5 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$  a 25°C. Um exemplo é decametiltetrassiloxano vendido em particular sob o nome "SH 30 200" pela Toray Silicone company. Silicones que pertencem a esta categoria são também descritos no artigo publicado em *Cosmetics and Toiletries*, Vol. 91, Jan. 76, págs. 27-32, Todd & Byers "Volatile Silicone Fluids for Cosme-

tics".

Silicones não voláteis, e mais particularmente poliarilsiloxanos, polialquilsiloxanos, polialquilarilsiloxanos, resinas e gomas de silicone, poli-organossiloxanos modificados com grupos organofuntionais, e suas misturas, são de preferência usados.

De acordo com a invenção, as resinas e polímeros de silicone que podem ser usados são, em particular, polidiorganossiloxanos tendo peso molecular de número médio dentre 200.000 e 1.000.000, usados sozinhos ou como uma mistura em um solvente. Este solvente pode ser escolhido de silicones voláteis, óleos de polidimetilsiloxano (PDMS), óleos de polifenilmetilsiloxano (PPMS), isoparafinas, poliisobutilenos, cloreto de metileno, pentano, dodecano e tridecano, ou suas misturas.

Exemplos destas resinas e polímeros de silicone são como se segue:

15 Polidimetilsiloxano,  
gomas de polidimetilsiloxanos/metilvinilsiloxano,  
polidimetilsiloxano/difenilmetilsiloxano,  
polidimetilsiloxano/fenilmeltsiloxano, e  
polidimetilsiloxano/difenilsiloxanometilvinilsiloxano.

Produtos que podem ser usados mais particularmente de acordo  
20 com a invenção são misturas tais como:

(a) misturas formadas a partir de um polidimetilsiloxano hidroxilado no fim da cadeia (chamado de dimeticonol de acordo com a nomenclatura no dicionário CTFA) e a partir de um polidimetilsiloxano cílico (chamado de ciclometicona de acordo com a nomenclatura no dicionário CTFA), tal como o produto Q2 1401 vendido pela Dow Corning Company;

(b) misturas formadas a partir de uma goma de polidimetilsiloxano com um silicone cílico, tal como o produto Fluido de Silicone SF 1214 da companhia General Electric Company; este produto é uma goma de SF 30 que corresponde a uma dimeticona, tendo um peso molecular médio por número de 500.000, dissolvida em óleo de Fluido de Silicone SF 1202 que corresponde a decametilciclopentassiloxano; e

(c) misturas formadas de dois PDMSs de diferentes viscosida-

des, e mais particularmente de uma goma de PDMS e um óleo de PDMS, tal como o produto SF 1236 da General Electric Company. Este produto de preferência contém 15% de goma SE 30 e 85% de óleo SF 96.

Para um entendimento mais detalhada da invenção, referência 5 pode ser feita aos seguintes exemplos que são destinados como outra ilustração da invenção e não devem ser interpretados em um sentido limitante. Todas as partes percentagens são em peso a não ser que de outra maneira afirmado.

Exemplos

10 I. Uso de reagente oxidativo químico - (Método de decomposição padrão de quatro etapas)

Materiais:

Poligalactomanano catiônico (cloreto de hidroxipropiltrimônio de guar) - Hercules, Incorporated

15 CAS N° 65497-29-2

ácido fumárico, P.A. - Acros/Fisher Scientific,

CAS N° 110-17-8

Dow Corning 200<sup>®</sup> Fluid, 50 CST.- óleo de silicone - para óleo Neslab - banho

20 CAS N° 63448-62-9

Kathon<sup>®</sup>CG que estabiliza biocida/conservante - Rohm and Haas Co,

CAS N° mistura, ver MSDS

Peróxido de hidrogênio, 30% - JT Baker – CAS N° 7722-84-1

25 Tira de Teste de Peróxido EM Quant da EM Science.

Despolimerização de poligalactomanano catiônico

	carga de primeira etapa	carga de segunda etapa	carga de terceira etapa	carga de quarta etapa	carga final total
água desionizada	2400,0	até 2500	até 2500	até 2500	2097,5
peróxido de hidrogênio, 1,0%	37,5	37,5	37,5	37,5	150,0
poligalactomanano catiônico com 1,0% de ácido	62,5	62,5	62,5	62,5	250,0

fumário adicionado					
	2500,0	2500,0	2500,0	2500,0	2497,5
Kathon CG Total	2500,0	2500,0	2500,0	2500,0	2500,0

Observação: Nesta formulações peróxido de hidrogênio é usado a 60 pbw (partes em peso) de 1,0% de  $H_2O_2$  por 100 pbw de poligalactomanano.

Procedimento:

- A água desionizada desta primeira etapa foi pesada e carregada
- 5 para dentro do becher e o becher foi suspenso no banho usando-se um grampo de cadeia. Um Agitador Caframo modelo BDC-3030 foi montado com uma Pá Caframo "U"-shaped 4"(Anchor) e uma sonda de termômetro de alarme digital na carga. O becher foi coberto com película de "Saran" para minimizar a perda de água. A água foi aquecida até 85-90°C no banho de
- 10 óleo colocado a ~95°C enquanto se agitando a ~50 rpm. A temperatura de banho foi ajustada quando necessário para manter a temperatura da carga a 85-90°C. Um misturador Caframo modelo RZR-1 adicional foi usado com uma lâmina de hélice de 5,08 cm (2") a baixa velocidade no banho para aperfeiçoar a circulação de óleo.
- 15 A velocidade do agitador foi aumentada para ~100 rpm, como o volume permitia, e 1/4 da carga de peróxido total foi adicionado ao becher usando-se uma seringa hipodérmica pesada de tamanho apropriado, por injeção do peróxido através da cobertura de Saran. O conteúdo do becher foi deixado se misturar ~5 minutos. Então a cobertura sobre o becher foi removida e muito lentamente 1/4 da carga de poligalactomanano catiônico total foi deslocado para dentro do becher enquanto se misturava. A velocidade de agitação do agitador foi ajustada para manter a velocidade de turbilhamento adequada. Algum agrupamento pode ocorrer, especialmente durante a primeira adição de poligalactomanano; no entanto, pequenos agregados
- 20 se dissolverão uma vez que a viscosidade aumenta. A cobertura foi substituída e mistura foi continuada a uma temperatura de 85-90°C até que a viscosidade tivesse diminuído o suficiente para permitir a próxima adição de polímero.
- 25 A adição de peróxido e polímero foram repetidas por um total de
- 30 quatro vezes, permitindo tempo para que o polímero se dissolva e a viscosi-

dade diminua antes da próxima adição, até que as cargas totais de poligalactomanano e H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> fossem adicionadas. Se necessário, o nível de água no becher foi ajustado a cada intervalo para perda de água. Depois da última adição, a mistura foi continuada por uma hora; então a quantidade de peróxido residual foi checada usando-se Tiras de Teste de Peróxido EM Quant. O misturador foi parado e um pequeno buraco foi feito na Saran onde a área de percepção da tira de teste foi imersa para dentro da solução por um segundo. Material em excesso foi removido por agitação da tira de teste e, depois de 15 segundos, a cor da área de percepção da tira de teste foi comparada com a escala no recipiente. A reação foi continuada até o nível de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> fosse <50 ppm. Observação: A área de percepção das tiras de teste provavelmente se tornará marrom-escura devido ao alto nível de peróxido presente. Naquele caso, extraír cuidadosamente uma pequena amostra (~5 g) da solução e diluir com uma quantidade de água desionizada à temperatura ambiente, suficiente para permitir leituras sobre a tira de teste dentro de sua faixa de detecção.

O banho quente foi desligado e o óleo foi desviado através do resfriador Neslab FTC-350. Quando o óleo foi resfriado o suficiente, o becher foi cuidadosamente removido do banho (gotejamento de óleo de silicone) e o peso líquido da carga foi medido. A quantidade exigida de água da composição foi determinada, a água da composição foi pré-misturada com 10% de produto Germaben II, e a mistura de água/Germaben II foi adicionada enquanto se agitando manualmente. Quando a solução estava extremamente viscosa, o becher foi retornado para o banho para a adição de biocida de estabilização e água da composição com agitação mecânica. O conteúdo do becher foi enchido enquanto quente para dentro de recipientes apropriados para retenção, testagem de estabilidade de pH, viscosidade de Brookfield e análises quando necessárias.

#### Teste de penteamento

As medições de penteação por via seca e úmida foram realizadas em um instrumento Instron usando-se cachos de cabelo Europeu suavemente descolorado que tinham sidos lavados com xampu com um xampu

à base de tensoativo aniónico suave ou um xampu de tensoativo não iônico.

A percentagem de redução em energia de penteação por via seca e úmida é definida como mostrada na equação (1). A energia necessária para pentear um cacho de cabelo depois da lavagem com xampu com um xampu contendo polímero catiônico foi subtraída da energia necessária para pentear um cacho de cabelo que tinha sido lavado duas vezes com 4,5% em peso de solução de lauril sulfato de sódio (SLS). Este restante foi então dividido pela energia necessária para pentear o cacho de cabelo lavado com a solução de SLS. O valor foi multiplicado por 100 e foi chamado a percentagem de redução na força de penteação. A percentagem de redução era tipicamente um número positivo se o polímero de condicionamento catiônico condiciona o cabelo.

(1) 
$$\frac{[\text{Energia (nenhum polímero)} - \text{Energia (com polímero)}]}{\text{Energia (nenhum polímero)}} \times 100 = \text{percentagem de redução em energia de penteação.}$$

15

Exemplo 1

O método de decomposição padrão acima mencionado foi usado. Cerca de 935 gramas de água foram colocados em um becher de 1500 ml e foi colocado em um conjunto de banho de óleo colocado a uma temperatura de cerca de 120°C. O becher foi então aquecido até uma temperatura de cerca de 85-90°C no banho de óleo e foi mantido nesta temperatura. Um misturador de lâmina de hélice dupla de (5,08 cm) (2") foi inserido para dentro do becher e uma pequena porção de produto guar catiônico N-Hance 3205 (Herules Incorporated, Wilmington, DE) foi adicionada enquanto se agitando. Então uma pequena quantidade de peróxido foi adicionada ao becher enquanto continuando a se misturar. A viscosidade desta mistura se tornou espessa e ela continuou a ser misturada a 85-95°C até que a viscosidade se tornasse baixa o suficiente para as próximas porções das adições de polímero e peróxido. Três porções adicionais do polímero e do peróxido foram repetidas até que a quantiade total do polímero e do peróxido estivessem completadas. Durante esta adição com incremento do polímero e do peróxido um pouco da água evaporou. Portanto, no fim das adições, o nível de

água foi ajustado para perda de água. A quantidade de peróxido residual foi periodicamente checada no becher usando-se tiras de teste e a reação foi continuada até que menos do que 50 ppm de peróxido permanecessem. O banho de óleo foi então paralisado e ao becher foi resfriado para a temperatura ambiente. Conservante/biocida de estabilização Germaben II (ISP Incorporated, Wayne, N.J.) foi adicionado ao becher.

A tabela 1 observada abaixo (experiência de A a F) indica os ingredientes para esta experiência

Tabela 1

degradação de polímeros de guar catiônicos						
	A	B	C	D	E	F
água desionizada	935,07	947,36	960,00	965,15	967,74	970,35
H-Hance 3205	25,97	26,32	26,67	26,81	26,88	26,95
peróxido de hidrogênio - 6,0%	38,96	26,32	13,33	8,04	5,38	2,70
	1000,00	1000,00	1000,00	1000,00	1000,00	1000,00
N-Hance 3205	25,97	26,32	26,67	26,81	26,88	26,95
peróxido de hidrogênio - 6,0%	38,96	26,32	13,33	8,04	5,38	2,70
H-Hance 3205	25,97	26,32	26,67	26,81	26,88	26,95
peróxido de hidrogênio - 6,0%	38,96	26,32	13,33	8,04	5,38	2,70
H-Hance 3205	25,97	26,32	26,67	26,81	26,88	26,95
peróxido de hidrogênio - 6,0%	38,96	26,32	13,33	8,04	5,38	2,70
Germaben II	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00
	1204,79	1167,92	1130,00	1114,55	1106,78	1098,95

10 Exemplo 2

O procedimento observado acima no exemplo 1 foi seguido para

as experiências G, H e I exceto que a temperatura de banho de óleo foi ajustada para manter temperatura da amostra a cerca de 85-90°C e uma solução de 1,0% de peróxido de hidrogênio foi usada no lugar de uma solução de 6,0%. Também, a ordem da adição do polímero e do peróxido foi reversa 5 com o peróxido sendo adicionado primeiramente e então o polímero incrementalmente. A tabela 2, observada abaixo, indica os ingredientes para as experiências G, H e I.

### Exemplo 3

Na seguinte experiência (tabela 2, experiências J, K e L), o procedimento usado no exemplo 2 acima foi usado, exceto que o produto de N-Hance® 3215 (com ácido fumárico) foi usado no lugar do polímero de N-Hance® 3205.

Tabela 2

degradação de polímeros de guar citônicos							
	G	H	I		J	K	L
água desionizada	957,44	963,59	969,83		957,44	963,59	969,83
Peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64	3,23		15,96	9,64	3,23
N-Hance 3205	26,60	26,77	26,94	N-Hance 3215 com ácido fumário	26,60	26,77	26,94
	1000,00	1000,00	1000,00		1000,00	1000,00	1000,00
Peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64	3,23		15,96	9,64	3,23
N-Hance 3205	26,60	26,77	26,94	N-Hance 3215 com ácido fumário	26,60	26,77	26,94

degradação de polímeros de guar catiônicos							
	G	H	I		J	K	L
Peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64	3,23		15,96	9,64	3,23
N-Hance 3205	26,60	26,77	26,94	N-Hance 3215 com ácido fumárico	26,60	26,77	26,94
Peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64	3,23		15,96	9,64	3,23
N-Hance 3205	26,60	26,77	26,94	N-Hance 3215 com ácido fumárico	26,60	26,77	26,94
Germaben II	10,00	10,00	10,00		10,00	10,00	10,00
	2222,08	1092,46	1073,57		1111,08	1092,46	1073,57

#### Exemplo 4

- O mesmo procedimento usado no exemplo 3 foi seguido neste exemplo 4 para as séries de experiências M, N e O e foi observado na tabela 5 3 exceto que (a) para a experiência M, produto de guar catiônico Jaguar C-13-S (Rhodia Incorporated, Cranberry, N.J.) foi usado, (b) para a experiência N, produto de hidroxipropil guar catiônico (Rhodia Incorporated, Cranberry, N.J.) foi usado e (c) para experiência O, produto guar catiônico N-Hance 3215 (Hercules Incorporated, Wilmington, DE) foi degradado com calor 10 apenas e nenhum peróxido foi usado.

- A experiência O era extremamente viscosa depois da primeira adição de polímero. As segunda e terceira adições de polímero foram cortadas pela metade, mas a viscosidade permaneceu extremamente alta. A preparação foi descontinuada; o conservante Germaben II não foi adicionado. 15 Este exemplo demonstrou que a degradação térmica, na ausência de peróxido de hidrogênio, processa-se muito lentamente.

Tabela 3

degradação de polímeros de guar catiônicos			
	M	N	O
água desionizada	963,59	963,59	972,97
peróxido de hidrogênio - 1,0%	9,64	9,64	---
Jaguar C-13-S	26,77	---	---
Jaguar C-162	---	26,77	
N-Hance 3215			27,03
peróxido de hidrogênio - 1,0%	9,64	9,64	---
Jaguar C-13-S	26,77	---	---
Jaguar C-162	---	26,77	
N-Hance 3215			*13,52
peróxido de hidrogênio - 1,0%	9,64	9,64	---
Jaguar C-13-S	26,77	---	---
Jaguar C-162	---	26,77	
N-Hance 3215			*13,52
peróxido de hidrogênio - 1,0%	9,64	9,64	---
Jaguar C-13-S	26,77	---	---
Jaguar C-162	---	26,77	
Germaben II	10,00	10,00	---
	1092,46	1092,46	972,97

Exemplo 5

A mesma preparação e procedimento usados para o exemplo 2 foram usados neste exemplo 5 para as experiências P, Q e R e foram relatados na tabela 4.

Tabela 4

degradação de polímeros de guar catiônicos			
	P	Q	R
água desionizada	957,44	963,59	969,83
peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64	3,23
N-Hance 3205	26,60	26,77	26,94
	1000,00	1000,00	1000,00
peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64	3,23
N-Hance 3205	26,60	26,77	26,94
peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64	3,23
N-Hance 3205	26,60	26,77	26,94
peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64	3,23
N-Hance 3205	26,60	26,77	26,94
Germaben	10,00	10,00	10,00
	1111,08	1092,46	1073,57

Exemplo 6

O mesmo procedimento usado para as séries de experiências J, K e L no exemplo 3 foi usado para as experiências S, T, U, V, W e X deste exemplo 6 e foram relatados na tabela 5. Para as experiências X e Y, a concentração de água de torneira é em galões (1 galão = 3,78 L) e todas as concentrações de material são em libras (1 libra = 453,6 y). Para as experiências W e X, lascas de guar catiônico úmido com água N-Hance 3215 foram usadas no lugar de pó de guar catiônico N-Hance 3215 e ácido clorídrico foi usado no lugar de ácido fumárico para neutralizar as lascas de guar catiônico a um pH de 6,5. Metabissulfito de sódio foi adicionado no fim da reação para decompor peróxido residual. O produto da experiência X foi ultimamente tratado com hidróxido de sódio a pH 8 por 30 minutos, seguido por

neutralização com ácido clorídrico diluído. O produto oriundo da experiência V tinha um teor de aldeído de 0,035 meq/grama e Pm de 61.000. O produto oriundo da experiência U tinha um peso molecular de 50.400. Para a experiência Y, a totalidade do peróxido de hidrogênio e do ácido málico foram adicionados depois que o reator aqueceu até 90°C. O guar catiônico N-Hance foi adicionado como uma pasta de 20% de sólidos ao reator. O pH da reação foi mantido a 6, e metabissulfito de sódio foi adicionado no fim da reação para decompor peróxido de hidrogênio residual. O produto da experiência Y foi ulteriormente tratado com uma pulverização de nitrogênio depois do ajuste de pH para pH 7, seguido por adição do conservante e ácidos adicionais para levar o pH para aproximadamente 6.

Para a experiência Z, o mesmo procedimento na experiência V foi seguido, usando-se um PRECURSOR 2 de guar catiônico de alto peso molecular (DS catiônico de 0,5), combinado com ácido fumárico. Experiências AA e AB usaram PRECURSOR 3 de guar catiônico de alto peso molecular (999, 145 Dálton, DS catiônico de 0,9), reagido a 90°C em uma reação de um estágio, adição do peróxido de hidrogênio à água a temperatura, seguido por adição do guar catiônico. Metabissulfito de sódio foi adicionado para destruir peróxido de hidrogênio em excesso.

Tabela 5: Degradacão de peróxido de polímeros guar catiônicos

	S	T	U	V	W	X	Y	Z	AA	AB	AC
água de torneira					278	20,2					
água desionizada	957,44	963,59	2412,3	2412,3	2300				1468	875	873
peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64							22,5	6,6	60
peróxido de hidrogênio - 6,0%			18,75	18,75	18,7	2,8					21
peróxido de hidrogênio - 35%									2,26 lbs		
HCl a 2 N (aq.)									1,27		
ácido málico										0,67-lbs	
N-Hance 3000											50
N-Hance 3215 com ácido fumárico	26,60	26,77	68,9	68,9							
N-Hance 3215 (20% de pasta fluida)									190 lbs		
lascas de N-Hance 3215 (39,5% de sólidos)									62,4	23,45	

precursor 2 com ácido fumárico					18,75		
<b>PRECURSOS 3</b>							
peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64				56,5	56,5
peróxido de hidrogênio - 6,0%					22,5		
HCl a 2 N (aq.)							21
N-Hance 3215 com ácido fumárico	26,60	26,77	68,9	68,9			
lascas de N-Hance 3215					62,4	23,45	
<b>PRECURSOS 2</b>							
peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64				18,75	
peróxido de hidrogênio - 6,0%					22,5		
HCl a 2 N (aq.)							11,5
N-Hance 3215 com ácido fumárico	26,60	26,77	68,9	68,9			
lascas de N-Hance 3215					62,4	23,45	

PRECURSOS 2						18,75	
peróxido de hidrogênio - 1,0%	15,96	9,64				22,5	
peróxido de hidrogênio - 6,0%		18,75	18,75	18,7	2,8		
HCl a 2 N (aq.)					3,33		
N-Hance 3215 com ácido fumárico	26,60	26,77	68,9	68,9			
lascas de N-Hance 3215				62,4	23,45		
PRECURSOS 2						18,75	
Nipasept sódio fenoxetol						0,67 lbs	
Kathon CG		2	2	0,38		1,86 lbs	
Germaben II	10,00	10,00	-			15,0	10
ácido adipíco						0,22 lbs	
metabisulfito de sódio						0,29 lbs	0,19
	1111,08	1092,46	2500	2500	2625		0,375
						1633	

Obs: Fator de conversão: 1 – libra = 0,454 kg

O produto de N-Hance 3000 com DS catiônico de 0,06 foi despolimerizado usando-se as seguintes etapas. 918,5 gramas de água foram aquecidas até cerca de 95°C. A seguir 31,5 gramas de peróxido de hidrogênio a 1,0% foram adicionados seguido por 50 gramas de produto de N-Hance 3000. Agitou-se por 30 minutos. A seguir, 15,75 g de peróxido a 1% foram adicionados. Agitou-se por 90 minutos e então 0,21 g de metabissulfito de sódio foi adicionado e foi resfriado enquanto se misturando. A solução foi preservada com conservantes de 0,5% de Phenoxetol® e 0,18% de Nipasept® sódico. Ambos os conservantes estão disponíveis da Clariant Corporation. A amostra tinha 15 ppm (0,009 meq/g) de aldeído como determinado com kit de teste de aldeído E-M Science 10036-1 e tinha um peso molecular de 298.000 Dáltons.

#### Exemplo 7

O procedimento da experiência W no exemplo 6 foi repetido usando-se hidroxietilcelulose catiônica (Celquat® SC-240 e polímero JR-400 Ucare®) como o polissacarídeo catiônico ao invés de guar catiônico. Estes exemplos são mostrados na tabela 6. O valor de pH foi mantido a 5-5,5 usando-se hidróxido de sódio a 10%. Metabissulfito de sódio foi adicionado para destruir peróxido de hidrogênio em excesso no fim da reação. Conservantes BHT e Kathon® CG foram adicionados para preservar o produto. Os valores de Pm para os produtos oriundos das experiências AD, AE e AF na tabela 6 eram, 90.000, 179.000 e 46.500. O procedimento para a experiência AF usou o produto oriundo da experiência AD e apenas uma adição de peróxido de hidrogênio.

25

Tabela 6

Degradação de polímeros de hidroxietil celulose catiônicos

	AD	AE	AE
água desionizada	1173	1172	
peróxido de hidrogênio - 30,0%	4,33	2,16	---
Celquat SC-140	38,6	---	---
Polímero JR-400	---	31	
produto da experiência A			100
peróxido de hidrogênio - 30,0%	4,33	2,16	0,5

	AD	AE	AE
Celquat SC-240	38,6	---	---
Polímero JR-400	---	31	
peróxido de hidrogênio - 30,0%	4,33	2,16	---
Celquat SC-240	38,6	---	---
Polímero JR-400	---	31	
peróxido de hidrogênio - 30,0%	4,33	2,16	---
Celquat SC-240	38,6	---	---
Polímero JR-400	---	31	
BHT	1,95	1,95	
Kathon CG	1,3	1,3	---
	1347,97	1307,9	
Pm como determinado por SEC	90,000	179,000	46,500

Exemplo 8a

Processo bioquímico acoplado com processo químico usando-se um reagente oxidativo

5 Um produto de 10% de sólidos totais, peso molecular (Pm) de 45.000-65.000 Dáltons, foi preparado usando-se o seguinte processo. O produto preparado também tinha grupos aldeído-funcionais sobre o guar catiônico de baixo peso molecular.

10 1) 700 g de água de torneira foram aquecidas até 50°C em um reator de vidro equipado com um misturador de topo.

2) 282 g de lascas de guar catiônico úmidas lavadas foram adicionados à água para formar uma pasta fluida.

15 3) 300 mg de mananase (da ChemGen Corp., Rockville, MD) foram adicionados à pasta fluida de lascas de guar catiônico uma vez que o pH foi ajustado com um ácido para abaixo de 9,0 mas antes que ele alcance pH 7,5. Depois de 30 minutos a pH básico de 9,0-8,0, o pH foi incrementalmente reduzido a pH 5,0-5,5 com um ácido.

20 4) Uma vez que a pasta fluida de lascas de guar catiônico ficou totalmente hidratada e uma suspensão de tipo molho de maçã grosso começaram a afinar, 13,6 g de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a 30% (4.000 ppm ou 0,40% na suspensão de guar) foram adicionadas à suspensão de lascas de guar catiônico

5) A temperatura foi elevada até 90°C.

6) Uma vez que a viscosidade da suspensão em processo diminuiu para 230-280 cps, o aquecimento do reator foi parado e 0,1-0,5 g de metabissulfito de sódio foi adicionado para imediatamente eliminar H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> residual como medido pela tira de teste E-M Quant<sup>□</sup> de teste de peróxido

5 7) O nível de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> foi verificado como sendo zero usando-se a tira de teste.

8) 1 g de solução de Kathon CG (0,1%) foi adicionado ao produto final como um conservante.

Example 8b.

10 Processo bioquímico Acoplado com Processo químico usando-se um reagente oxidativo

Preparação de polímero líquido de peso molecular mais baixo a partir de guar catiônico de PRECURSOR 3 de alto peso molecular por degradação de enzima seguido por degradação de peróxido.

15 Experiência 8b(1)

933 g de água foram aquecidos até cerca de 50-55°C. Em um recipiente separado 0,05 g de enzima mananase foi pré-misturado com água. A pré-mistura foi adicionada à água aquecida enquanto se misturando.

20 A seguir, 56,5 gramas de polímero de PRECURSOR 3 de 999.145 Dáltons de alto peso molecular, com DS catiônico de cerca de 0,9 foram adicionados enquanto se misturando. A temperatura da pasta fluida de polímero foi elevada até cerca de 90°C durante cerca de 90 minutos.

25 A seguir 2,22 g de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a 1,0% foram adicionados e foram misturados por 45 minutos. A seguir 0,19 g de metabissulfito de sódio foi adicionado e foi resfriado. 10 g de conservante Germaben<sup>□</sup> II e água da composição foram adicionados para levar o tamanho de carga para 1000 g. O peso molecular polímero era 963759 Dáltons.

Experiência 8b(2)

30 Em uma outra experiência 933 g de água foram aquecidos até cerca de 45-55°C. Em um recipiente separado 0,10 g de enzima mananase foi pré-misturado com água. A pré-mistura foi adicionada à água aquecida enquanto se misturando. A seguir, 56,5 gramas de polímero de PRECUR-

SOR 3 de 999,145 Dáltons de alto peso molecular com DS catiônico de cerca de 0,9 foram adicionados enquanto se misturando. O pH da pasta fluida era cerca de 8,2. O pH da pasta fluida foi diminuído para cerca de 6,1 com HCl. A pasta fluida foi misturada por cerca de 50 minutos e uma amostra da solução de polímero foi tirada para análise. Peso molecular do polímero era cerca de 862.000 Dáltons. A amostra foi testada quanto a nível de aldeído com Tiras de Teste de Formaldeído M Quant disponíveis da EM Science de Gibbstown, NJ. A amostra de polímero tinha 0 ppm de formaldeído. A seguir, a solução de polímero foi elevada até cerca de 90°C e 4,44 gramas de solução de peróxido a 1,0% foram adicionados. A reação foi parada com 0,2 g de metabissulfito de sódio. A seguir, 17,6 g de solução de peróxido (pg 26) de hidrogênio a 1,0% foram adicionados e foram agitados por cerca de 60 minutos a cerca de 90°C. A seguir, 0,34 g de metabissulfito de sódio foi adicionado e foi resfriado. A solução foi preservada com conservantes de Phenoxetol a 0,5% e Nipasept a 0,18% sódico. Ambos os conservantes estão disponíveis da Clariant Corporation. Esta amostra tinha 10 ppm de aldeído de acordo com o teste de tira. A amostra tinha peso molecular médio por peso de 293.000 Dáltons.

Example 8c

20 Processo bioquímico

Acoplado com Processo químico usando-se um reagente oxidativo

Preparação de polímero líquido de peso molecular mais baixo a partir de guar catiônico N-Hance 3000 de alto peso molecular pela degradação de peróxido seguido por degradação enzimática

25 Polímero N-Hance 3000 usado neste exemplo tinha DS catiônico de cerca de 0,06 e peso molecular médio por peso de 923.655 Dáltons. 929 g de água foram aquecidos até cerca de 90°C em um banho de óleo de silicone. 10,5 gramas de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ativo a 1,0% foram adicionados à água aquecida. A seguir, 50 gramas de polímero N-Hance 3000 foram adicionados a 30 mistura de água-peróxido e foi mantida por cerca de 110 minutos a 80 até 90°C. 0,19 grama de metabissulfito de sódio foi adicionado e misturado por um adicional de 10 minutos e foi resfriado. O pH foi ajustado para 6,5 com

ácido clorídrico. 10 gramas de conservante Germaben® II e água da composição foram adicionados para ajustar tamanho de carga total para 1000 g e foram misturados. Isto produziu uma carga de 1000 gramas com 5% de polímero. O produto final tinha um peso molecular médio por peso de 418.000

5 Dáltons.

815 g da amostra de solução de polímero degrada por peróxido acima foram aquecidos a cerca de 50-55°C. Em um recipiente separado 0,05 g de enzima mananse foi pré-misturado com água. A pré-mistura foi adicionada à solução de polímero enquanto se misturava. A temperatura da solução de polímero foi elevada até cerca de 92°C durante cerca de 70 minutos. A amostra foi removida do banho de óleo e deixada resfriar enquanto se misturava. 8 g de preservativo Germaben® II e água da composição foram adicionados para levar o tamanho de carga para 815 g. O peso molecular médio por peso de polímero era de 131.308 Dáltons.

15 Example 8d

Processo bioquímico sem um reagente oxidativo

Preparação de polímero líquido de peso molecular mais baixo a partir de guar catiônico de alto peso molecular pela degradação de enzima

O procedimento nas etapas 1-3 do exemplo 8a foi seguido. Uma vez que a viscosidade desejada foi alcançada, a temperatura foi elevada até 90°C para desnaturar a enzima e parar a reação. A mistura foi deixada resfriar até a temperatura ambiente, e conservante Kathon CG a 0,1% foi adicionado à mistura de reação. O peso molecular médio por carga era de 67.000 Dáltons. A amostra não continha teor de aldeído como determinado pelo método de titulação iodométrico indireto.

Exemplo 9 Processo bioquímico acoplado com oxidação bioquímica

Um produto de 10% de sólidos totais, com Pm de 40.000 foi preparado. O produto tinha grupos aldeído o guar catiônico de baixo peso molecular. O procedimento foi como se segue:

- 30 1) 700 g de água de torneira a 25°C foram colocados em um reator de vidro equipado com um misturador de topo.
- 2) 282 g de lascas de guar catiônico úmidas lavadas com cerca

de 60-65% de umidade foram adicionados ao reator para formar uma suspensão enquanto se agitava com o misturador de topo.

3) Cuidadosamente mais rapidamente, ácido fumárico foi adicionado ao reator para ajustar o pH para 6,5-7,5.

5 4) 300 mg de mananase foram adicionados à suspensão de lascas de guar.

5) Então, a suspensão foi pulverizada com ar a volume de 0,1-0,3 de ar por volume da suspensão por minuto.

10 6) A seguir, 6.000 unidades internacionais de galactose oxidase (da Hercules Incorporated, Wilmington Delaware), 60.000 unidades internacionais de catalase (produto Tenninox Ultra 50L da NovoZymes, Franklin-town, North Carolina), e 1.500 unidades de peroxidase (NS51004, também da NovoZymes) foram adicionadas à suspensão acima.

15 7) A reação foi permitida continuar por 1-3 horas dependendo do peso molecular e do nível de oxidação desejados do produto final.

8) No fim da reação, o pH foi ajustado para 4,0 então o reator foi aquecido até 90°C e mantido por 30 min. para desativar as enzimas.

9) 1 g de solução Kathon CG (0,1%) foi adicionado ao produto final como um conservante.

20 O teor de aldeído desta amostra como medido pela mudança na razão de galactose/manose é de 0,4 meq/grama.

#### Exemplos 10-15

Exemplos de xampu de condicionamento: Desempenho de polissacarídeos oxidados catiônicos da invenção em xampus de condiciona-

25 mento

Em uma formulação de xampu, agente de condicionamento, guar catiônico ou hidroxietilcelulose catiônica, foi adicionado para aperfeiçoar o desembaraçamento tanto do cabelo úmido quanto do cabelo seco, como demonstrado na redução de energia para pentear cabelo úmido e cabelo seco. Os resultados na tabela 7, Exemplos 11, 12 e 14 demonstram que guars oxidados, catiônicos e materiais de hidroxietilcelulose oxidados, catiônicos da invenção aperfeiçoam o desembaraçamento tanto de cabelo úmido

quanto de cabelo seco, quando comparado com o xampu que não contém polímero no Exemplo 10. No Exemplo 11 e 12, um xampu preparado com guars oxidados, catiônicos de peso molecular baixo e médio, preparado de acordo com o processo descrito como na experiência U na tabela 5, forneceu redução de energia de penteação por via úmida para cabelo europeu grisalho castanho médio de 62% e 51%, respectivamente, e reduções de energia de penteação por via seca de 35% e 22%, respectivamente. As reduções de energia de penteção via úmida e seca alcançadas pelos polímeros desta invenção são equivalentes ou melhores do que o desempenho correspondente do guar catiônico de alto peso molecular em comparação com o exemplo 13. A redução de energia de penteação por via úmida e seca dos polímeros desta invenção nos Exemplos 11 e 12 são também aperfeiçoados pelo desempenho do xampu não contendo polímero no Exemplo 10, que foi 9% e 7%, respectivamente. Exemplo 14 demonstra que o polímero desta invenção derivado de um polímero de hidroxietilcelulose catiônico, preparado de acordo com o procedimento descrito na experiência AF no Exemplo 7, Tabela 6, também forneceu melhor desempenho de penteação por via úmida e seca do que o exemplo 10 de controle sem polímero.

Exemplo 15 está incluído como um exemplo comparativo para um guar catiônico de baixo peso molecular preparado por degradação bioquímica, sem um tratamento oxidativo, como descrito no Exemplo 8d. Observe, que este polímero forneceu desempenho melhorado de penteação por via seca e úmida sobre o exemplo 10 de controle sem polímero; no entanto, o xampu desenvolveu um sedimento ao longo do tempo.

Na tabela 7, Exemplos 10-14, xampus de condicionamento foram preparados usando-se os seguintes ingredientes e procedimentos.

Fase 1 Água foi aquecida em um recipiente até 80-90°C e HPMC foi adicionado enquanto se misturava. Polissacarídeo oxidado, catiônico foi adicionado à água aquecida enquanto se misturava a ~60-65°C. A mistura foi deixada resfriar até 25-35°C enquanto se misturava. Ácido cítrico foi adicionado à mistura resfriada para diminuir o pH para 5,00 até 6,00. A mistura foi então agitada até que fosse dissolvida, por cerca de uma hora.

Fase 2 Produto de Rhodapex ES STD foi pesado em um becher tarado separado. Fase 1 foi adicionada a Fase 2 enquanto se misturava.

O pH foi reajustado para 5,0 até 5,5 com ácido cítrico.

A mistura foi agitada por 30-60 minutos até que se tornasse homogênea.

Fase 3 Produto Amphosol CA foi adicionado às fases combinadas 1 e 2 enquanto se misturava e foi agitado adicionalmente por cinco minutos depois da conclusão da mistura. A Mistura foi continuada até se tornasse homogênea.

10 Fase 4 Solução de cloreto de sódio (10% em peso) foi adicionada a Fase 3 e foi agitada por 5 minutos. Produto Glydant foi adicionado, e misturado por 15 minutos. o valor do pH do xampu foi checado e, quando necessário, o pH foi reajustado para entre 5,0 e 5,5. O xampu foi misturado 15 minutos quando ajustado.

15 Tabela 7

Ingredientes	Exemplo 10	Exemplo 11	Exemplo 12	Exemplo 13	Exemplo 14	Exemplo 15
Água	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100
Total	100	100	100	100	100	100
Xampu						
Aparência	enevoada	V. enevoada, alguns géis	enevoada, alguns géis	translúcida	clara	muito enevoada, sedimento
Ph	5,4	5,5	5,3	5,6	5,41	5,41
redução em energia de penteação por via úmida (%)	-9	62	51	52	45	51
redução em energia de penteação por via seca (%)	7	35	22	28	16	8
Pm	-	50200	197000	1200000	45,600	67200
DS catiônico	-	0,18	0,18	0,18	0,3	0,18

(1) Amphosol CA, 30% de ingrediente ativo (Stepan Chemicals, Chicago, IL)

5 (2) Rhodapex ES STD, 30% de ingrediente ativo (Rhodia Incorporated, Cranberry, N.J.))

(3) Glydant<sup>□</sup> 55% de ingrediente ativo, (Lonza, Fair Lawn, N.J.)

(4) Hidroxipropilmetylcelulose - HPMC60SH4000 (Shin Etsu, Tokyo, Japão).

#### Exemplos 16-20

#### 10 Efeito do Pm do polímero sobre a viscosidade da formulação

Em uma formulação de xampu, agente de condicionamento, guar catiônico, foi adicionado para aperfeiçoar o desembaraçamento tanto de cabelo seco quanto úmido. O guar catiônico atual disponível comercialmente pode apenas ser usado a nível muito baixo, uma vez que ele tem um impacto significativo sobre a viscosidade do produto de xampu. Nos Exemplos 16-20, na tabela 8, xampu foi produzido 1) sem o guar catiônico, 2) com 0,2% e 1,5% de guar catiônico N-Hance<sup>□</sup> 3215 comercialmente disponível, e 3) com 1,5% de produto de guar oxidado, catiônico desta invenção.

Preparação do xampu: Um recipiente de água foi aquecido até

70°C por ser colocado em um banho-maria a 70°C. Produto de Benecel® foi transferido para dentro da água aquecida enquanto se misturava. A seguir, produto N-Hance® 3215 comercial ou polímero desta invenção foi adicionado ao recipiente enquanto se misturava. A solução que foi formada foi resfriada até cerca de 40°C, enquanto se misturava. O restante dos ingredientes do xampu foi adicionado ao recipiente na ordem listada. O pH do xampu foi ajustado até cerca de pH 5,5. O xampu foi resfriado para a temperatura ambiente enquanto se misturava.

O produto desta invenção usado nos Exemplos 17 e 19, na tabela 8, era uma solução aquosa com cerca de 10% de sólidos e peso molecular médio por peso de cerca de 42.000 Dáltons preparado de acordo com o procedimento usado na experiência Y na tabela 5. Em comparação o produto de N-Hance® 3215 comercial é um polímero seco com peso molecular de cerca de 1 milhão. Por causa de seu alto peso molecular ele tem um efeito significativo sobre a viscosidade do xampu de condicionamento. Na tabela 8, Exemplo 16 o xampu foi produzido sem um agente de condicionamento. Ele tem uma viscosidade Brookfield de cerca de 3.540 cps. No Exemplo 18, o mesmo xampu produzido com 1,5% de produto N-Hance 3215 tem uma viscosidade Brookfield de 193.000 cps. Em tal alta viscosidade não é apenas difícil para um formulador encher as garrafas de xampu mas é também muito difícil de se distribuir por um consumidor. A maioria dos xampus comerciais têm menos do que 10.000 cps em viscosidade. Ainda a 0,2% de produto N-Hance® 3215 no Exemplo 20 a viscosidade do xampu era de 13.600 cps. No entanto, o produto desta invenção (Exemplo 17) foi usado a 1,5% de ingrediente ativo e manteve uma viscosidade de xampu de 9.180 cps. Quando o polímero da invenção (Exemplo 19) foi usado a 0,2%, a viscosidade de xampu era 8.300 cps. Todas as viscosidades foram medidas a 12 rpm, 25°C, usados um viscometro Brookfield modelo LVT.

O xampu de condicionamento foi testado quanto a seu desempenho de penteação sobre cabelo virgem europeu suavemente grisalho. Um cacho de cabelo de 30,48 cm (12 polegadas) que pesa por volta de 5 gramas foi usado. Neste estudo, a redução em energia de penteação foi medi-

da. A redução em energia de penteação é uma medição indireta do desempenho de condicionamento de um polímero. Como mostrado no Exemplo 16, se polímero de condicionamento não for usado no xampu, é preciso mais força para pentear o cabelo. Uma energia de penteação negativa é uma indicação de embaraçamento de cabelo e necessita energia ou força maior para pentear o cabelo. No nível de polímero de 0,2%, o polímero desta invenção (Exemplo 19, Tabela 8) e o polímero comercial (Exemplo 20, Tabela 8) proveram aproximadamente o mesmo nível de redução em energia de penteação por via úmida, 15,8% e 17,1%, respectivamente. No entanto, o polímero desta invenção (Exemplo 17) a 1,5% de nível de polímero proveu redução significativamente mais alta em penteação por via úmida, 53,7%. Um xampu com 1,5% de produto N-Hance® 3215 comercial não foi testado, uma vez que ele tinha viscosidade significativamente fora da faixa de viscosidade de xampu (Exemplo 18).

15

Tabela 8

Ingredientes	Exemplo 16	Exemplo 17	Exemplo 18	Exemplo 19	Exemplo 20A	Exemplo 20B
água desionizada	51,6	51,6	51,6	51,6	51,6	51,6
HPMC60SH4000	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
N-Hance® 3215	0,0	0,0	1,5	0,0	0,2	0,5
guar catiônico da invenção experiência Y, tabela 5	0,0	13,64 (1,5% ativo)	0,0	1,82 (0,2% ativo)	0,0	0,0
Stepanol® AM	27,5	27,5	27,5	27,5	27,5	27,5
Miranol® C2M	6,9	6,9	6,9	6,9	6,9	6,9
Steol C330	11,4	11,4	11,4	11,4	11,4	11,4
Germaben® II	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
ácido cítrico (5%)	ajustar pH	ajustar pH	ajustar pH	ajustar pH	ajustar pH	ajustar pH
Água	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100
Total	100	100	100	100	100	100
Xampu						
Viscosidade (cps)	3540	9180	193800	8300	13600	23250
PH	5,4	5,5	5,3	5,6	5,41	5,5
% T 600 mm						
Redução em e-	-1,1	53,7	Não-	15,8	17,1	

nergia de pentea- ção por via úmida (%)			testado			
Redução em e- nergia de pentea- ção por via seca (%)	-28,0	7,4	Não- testado	33,4	9,2	
Pm	-	42030	1087074	42030	1087074	1087074
DS catiônico	-	0,23	0,26	0,23	0,26	0,26

(1) Beriecel® MP943	Hidroxipropilmetylcelulose	Aqualon, Wilmington, DE
(2) N-Hance® 3215	cloreto de hidroxipropil- trimônio de Guar	Aqualon, Wilmington, DE
(3) Guar catiônico da invenção (11% de ingredientes ativos) cloreto de hidroxipropiltrimônio		Aqualon, Wilmington, DE
(4) Stepanol® AM	Sulfato de lauril amônio	Stepan Co. Northfield, IL
(5) Miranol® C2M conc.	NP Diacetato de Cocam- pho de dissódio	Stepan Co. Northfield, IL
(6) Steol® CS 330	Sulfato de laureth de só- dio	Stepan Co. Northfield, IL
(7) Germaben® IL	Conservante	ISP Wayne, NJ

Exemplos 21-32

Demonstração de desempenho aperfeiçoado a concentrações de polímero  
mais altas sem afetar viscosidade de xampu

5                   Na tabela 9, o efeito da concentração de polímero desta inven-  
ção sobre desempenho de penteação por via úmida de xampu é mostrado.  
Quanto mais altas as reduções em energia de penteação por via úmida do  
cabelo, maiores os efeitos de condicionamento conferido pelo polímero de  
condicionamento. Com base nos dados de penteação por via úmida nos E-  
10               xemplos 21-25, pelo menos 0,8% de polímero ativo é desejado para um má-  
ximo de desempenho de penteação por via úmida. Com guars catiônicos de  
alto peso molecular disponíveis comercialmente, tal como produto N-  
Hance® 3215, a viscosidade do xampu era de 13.600 cps a 0,2% de nível  
de polímero (Exemplo 20A da Tabela 8) e a 0,5% de nível de polímero é  
15               23.250 cps (Exemplo 20B da Tabela 8). Ambas estas viscosidades são con-  
sideradas na extremidade da faixa de viscosidade desejada para xampus  
comerciais, como mostrado nos Exemplos 26-30 na tabela 10. No entanto,

- com o polímero desta invenção, a viscosidade do xampu era abaixo de 10.000 cps mesmo a um nível de polímero tão alto quanto 1,5%, Exemplos 17 da Tabela 8 e 25 da Tabela 9. Comparação das viscosidades para os xampus nos Exemplos 31 e 32 na tabela 11 ulteriormente demonstraram o
- 5 efeito do polímero da presente invenção sobre o desempenho de condicionamento do cabelo sem o efeito sobre viscosidade do xampu, mesmo para um guar tendo um DS catiônico mais alto. O polímero no Exemplo 32 foi preparado de acordo com o procedimento na Experiência Z, Tabela 5, Exemplo 6. O xampu foi produzido usando-se o procedimento descrito para
- 10 xampus na tabela 8. A viscosidade do xampu era cerca de 11.000 cps com 1,5% de polímero desta invenção, Exemplo 32, em comparação com 32.000 cps para polímero de alto peso molecular, Exemplo 31. O polímero da presente invenção no Exemplo 32 tinha desempenho de penteadão por via úmida suavemente melhor.
- 15 Estes resultados demonstram que o polímero da presente invenção permite que o formulado adicione condicionamento extra sem aumentar significativamente a viscosidade de xampu.

Tabela 9

Ingredientes	Exemplo 21	Exemplo 22	Exemplo 23	Exemplo 24	Exemplo 25
água desionizada	51,3	48,6	45,8	44,0	39,5
Benecel ® 943	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
N-Hance ® 3215	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
guar catiônico da invenção experiência Y, tabela 5	1,82 (0,2% ativo)	4,55 (0,5% ativo)	7,27 (0,8% ativo)	9,10 (1,0% ativo)	13,64 (1,5% ativo)
Stepanol ® AM	27,5	27,5	27,5	27,5	27,5
Miranol C2M	6,9	6,9	6,9	6,9	6,9
Steol ® CS330	11,4	11,4	11,4	11,4	11,4

Germaben ® II	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
ácido cítrico (5%)	ajustar pH				
Água	Até 100				
Total	100	100	100	100	100
Xampu					
Viscosidade (cps)	8300	9450	7600	6250	7700
Ph	5,6	5,4	5,7	5,5	5,4
% T600 nm	83,8	71,6	62	57,7	43,5
Redução em energia de penteação por via úmida (%)	15,8	33,6	45,5	39,7	40,9
Redução em energia de penteação por via seca (%)	33,4	14,9	25,3	11,7	5,8
Pm	42030	42030	42030	42030	42030
DS catiônico	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23

Tabela 10

Ingredientes	Exemplo 26	Exemplo 27	Exemplo 28	Exemplo 29	Exemplo 30
	xampu Clai- rol® Herbal Essences®	xampu Pan- teen® Pro-V®	xampu mais condicionador Pante- en® Pro-V®	proteína de seda Fenes- se plus®	fórmula de desembaraça- mento de xam- pu de bebê Johnson's®
Viscosidade Brookfield LVT a 12 rpm	7630 cps	7250 cps	12300 cps	2080 cps	1740 cps

Tabela 11

Ingredientes	Exemplo 31	Exemplo 32
água desionizada	51,6	25,17
Benecel ® 943	0,6	0,6

PRECURSOR 1	1,5	0,0
guar catiônico da invenção tabela 5, polímero da experiência AA	0,0	27,93 (1,5% ativo)
Stepanol® AM	27,5	27,5
Miranol® C2M	6,9	6,9
Steol® CS 330	11,4	11,4
Gemaben® II	0,5	0,5
ácido cítrico (5%)	ajustar pH	ajustar pH
Água	Até 100	Até 100
Total	100	100
Xampu		
viscosidade (cps)	32500	11250
Ph	5,3	5,2
polímero		
Pm	1.200,000	27,900
DS catiônico	0,48	0,52
% de redução de penteação por via úmida	17,1	24,4

- (1) Beriecel® MP943 Hidroxipropilmetylcelulose Aqualon, Wilmington, DE  
 (2) PRECURSOR 1 cloreto de hidroxipropiltrimônio guar Aqualon, Wilm, DE  
 (3) Polímero da invenção da experiência AA cloreto de hidroxipropiltrimônio guar Aqualon, Wilm, DE  
 (4) Stepanol® AM sulfato de lauril amônio Stepan Co. Northfield, IL  
 (5) Miranol® C2M sulfato de laurila amônio Co. Northfield, IL  
 conc. NP  
 (6) Steol® CS 330 Sulfato de laureth de sódio Stepan Co. Northfield, IL  
 (7) Germaben® IL Conservante ISP Wayne, NJ

O xampu foi produzido usando-se o procedimento descrito para a tabela 8. Todas as viscosidades foram medidas a 12 rpm, 25°C, usando-se viscometro Brookfield modelo LVT.

##### 5 Exemplos 33-37

Géis de chuveiro: Efeito comparativo de concentração de polímero crescente sobre viscosidade de gel de banho e estabilidade da espuma para polímero da invenção vs. guar catiônico comercial

O gel de banho de condicionamento na tabela 12 foi produzido primeiramente dispersando-se produto Benecel® MP943 em água. A seguir, o produto H-Nance® 3196 ou o polímero catiônico desta invenção foi adicionado. E então o restante dos ingredientes do gel de banho foram adicionados na ordem listada, enquanto se misturava bem entre cada adição. Uma vez que todos os ingredientes estão bem misturados, o pH gel de banho foi diminuído para entre 5,0 e 6,0 com ácido cítrico. Todas as viscosidades foram medidas a 12 rpm, 25°C usando-se viscometro de Brookfield LVT.

Novamente, no gel de banho o polímero N-Hance® 3196 comercial não poderia ser adicionado a 1,5% sem um aumento muito significativo na viscosidade, exemplo 34, tabela 12. A viscosidade do gel de banho de condicionamento com o polímero N-Hance® 3196 comercial era de 42.700 cps a 12 rpm quando comparada com um gel de banho sem o polímero tendo uma viscosidade de apenas 460 cps, exemplo 33. Com o polímero da invenção a uma concentração de 1,5%, a viscosidade era apenas 3.380 cps, exemplo 35. Exemplos 36, 37 e 34 mostram o efeito do polímero N-Hance® 3196 comercial sobre a viscosidade de gel de banho quando comparada com o exemplo 33 sem o polímero de produto de condicionamento. As medições de viscosidade foram produzidas a 12 rpm, 25°C usando-se viscometro Brookfield modelo LVT.

A drenagem de espuma foi medida usando-se o método descrito abaixo. Tempo de drenagem de espuma é um método indireto de medição da estabilidade de espuma. Um tempo de drenagem mais longo é uma indicação de espuma mais estável e mais rica. Um consumidor percebe espuma mais estável como positivo. O tempo de drenagem da espuma era mais do que o dobro para o gel de banho com o polímero desta invenção (exemplo 35) do que aquele do gel de banho sem o polímero da invenção, exemplo 33. No exemplo 37, com 0,5% de guar catiônico N-Hance® 3196 comercial, quase a mesma viscosidade foi alcançada em reação ao polímero desta invenção (exemplo 35) mas o polímero da presente invenção tinha 20% a mais de estabilidade da espuma.

Descrição do método/equipamento de teste da espuma

Teste da espuma: Este método foi usado para medição do tempo de drenagem da espuma de um gel de banho diluído para determinar a influência de polímero de condicionamento sobre qualidade da espuma.

- 5 Tempo de drenagem longo indica uma espuma densa, rica com boa estabilidade.

Equipamento:

Misturador Waring® modelo nº 7012 ou 34BL97 ou equivalente.

- Funil, de preferência plástico; diâmetro de 15,24 cm (6"), gargalo de 2,22 cm (7/8") DI, 5 1/4 de altura, com um arame horizontal de 5,08 cm (2") a partir do topo. Peneira de Testagem Padrão USA no. 50,8 cm (20,7 polegadas) de diâmetro. Cronômetro.

Procedimento:

1000 g de uma solução de gel de banho diluída foi preparada em

- 15 um becher
- |                  |           |
|------------------|-----------|
| gel de banho     | 66,45 g   |
| água desionizada | 933,55 g  |
| total            | 1000,00 g |

- 20 A seguir, 200 gramas de solução diluída foram pesadas em uma jarra de 236,56 ml (8 onças). Três jarras com 200 gramas de gel de banho diluído foram preparadas. As jarras foram então colocadas em um conjunto de banho-maria a temperatura de 40°C por duas horas. As jarras foram totalmente imersas. O teste de drenagem de espuma foi realizado como segue. Um total de 3 medições foram feitas para cada formulação.

- 25 200 g de gel de banho diluído foram despejados para dentro de um recipiente de vidro do misturador warning seco, limpo. O gel de banho foi batido para formar uma espuma na velocidade mais alta por exatamente 1 minuto enquanto era coberto. Imediatamente a espuma foi despejada para dentro de um funil seco, claro que respousa sobre uma peneira de 20 mesh
- 30 sobre um becher. A espuma foi despejada do misturador por extamente 15 segundos. Tentativa foi feita para entrar tanta espuma quanto possível no funil sem extravasamento. Em 15 segundos, parou-se o despejamento da

espuma. O tempo total necessário para a espuma drenar (incluindo 15 segundos de tempo de despejamento) de modo que o arame não fosse mais coberto pela espuma ou líquido foi observado.

O teste foi realizado em triplicata. Resultados foram relatados 5 em segundos na tabela 12.

Referência:

(1) Evaluation of the foaming Capacity in shampoos: Efficacy of various Experimental Methods by F. J. Domingo Campos, R. M. Druguet Tantina, Cosmetic & toiletries págs. 121-130, vol. 98, setembro de 1983.

10 (2) The Lathering Potential of Surfactants - Simplified Approach to measurement by J. Roger Hart and Mark T. DeGeorge. J. Soc. Cosmet. Chem., 31, 223-236 setembro/outubro de 1980

Gel de banho de condicionamento

Tabela 12

Ingredientes					
	Exemplo 33	Exemplo 34	Exemplo 35	Exemplo 36	Exemplo 37
água desionizada	46,19	44,69	19,36	45,99	45,69
Benecel ® 943	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
guar catiônico da invenção	0,0	0,0	26,83 (1,5% de ingredientes ativo)	0,0	0,0
Steol ® CS 330	23,06	23,06	23,06	23,06	23,06
Stepan ® Mild SL3 BA	11,8	11,8	11,8	11,8	11,8
Miranol ® C2M	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0
Crodasinic ® LS-30	7,27	7,25	7,25	7,25	7,25
Propileno glicol	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Euperlan ® PK 3000	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
EDTA dissó-	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1

dico					
Phenonip ®	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
ácido cítrico (5%)	ajustar pH	ajustar pH	ajustar pH	ajustar pH	ajustar pH
Água	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100
Total	100	100	100	100	100
gel de banho					
viscosidade (cps)	458	42700	3380	1822	5920
pH	5,6	5,8	5,5	5,5	5,5
tempo de drenagem de espuma (segundos)	53,3 segundos		117,3 segundos		95,3 segundos
Polímero					
Pm		1.050.000	550.000	1.050.000	1.050.000
DS catiônico		0,17	0,14	0,17	0,17

- (1) Beriecel® MP943 Hidroxipropilmetylcelulose Aqualon, Wilmington, DE
- (2) N-Hance® 3196 cloreto de hidroxipropil- trimônio guar Aqualon, Wilmington, DE
- (3) Guar catiônico da invenção (5,6% de ingredientes ativos) cloreto de hidroxipropil- trimônio guar Aqualon, Wilm, DE
- (4) Stepan® Mild SL3 Sulfossuccinato de lau- reth de dissódio Stepan Co. Northfield, IL
- BA
- (5) Miranol® C2M Diacetato de Coco- amppho de disssódio Stepan Co. Northfield, IL
- Conc. NP
- (6) Steol® CS330 Sulfato de laureth de sódio Stepan Co. Northfield, IL
- (7) Phenonip Conservante Clariant, Mt. Holly, NC
- (8) Crodasinic® LS-3 Sarcosinato de lauril de sódio Croda, Inc Parsippany, NJ
- (9) Propileno glicol (USP) EM Industries Gibbs- town, NJ
- (10) Euperlan® PK3000 Gognis, Amber, PA
- (11) EDTA dissódico VWR

O polímero da invenção no exemplo 35 da tabela 12 foi preparado por um método similar ao método descrito para a experiência Z, na tabela 5, exemplo 6, onde guar catiônico N-Hance 3205 foi usado no lugar de guar catiônico PRECURSOR 2. O peso molecular do produto final era de 550.000

5 Dáltons, reduzido de um peso molecular de 1.050.000 Dáltons medido para o guar catiônico de partida N-Hance 3205.

Exemplos 38-42

Novamente, no gel de banho guar de hidroxipropila catiônico, o polímero Jaguar® C162 não poderia ser adicionado a 2,0% sem um aumento muito significativo na viscosidade, exemplo 39, tabela 13. Viscosidade do gel de banho de condicionamento com Jaguar® C162 comercial era de 41.400 cps a 12 rpm em comparação com gel de banho sem o polímero tendo viscosidade de apenas 555 cps. Com o polímero desta invenção, a viscosidade era apenas de 3.320 cps, exemplo 40 com 2,0% de polímero ativo.

10 As medições de viscosidade foram feitas a 12 rpm, 25°C usando-se viscometro Brookfield LVT. O produto Jaguar® C162 comercial foi também testado a 0,2% e 0,5% de nível de ingrediente ativo, exemplos 41 e 42. A 0,5% de nível (exemplo 42) ele alcançou a mesma viscosidade em relação a formulação com 2,0% de polímero desta invenção, exemplo 40. A estabilidade

15 de espuma foi medida usando-se o método anteriormente descrito. Tempo de drenagem da espuma para o gel de banho no exemplo 40, o polímero da invenção, era mais do que o dobro daquele de gel de banho sem o polímero da invenção (exemplo 38). Quanto mais longo o tempo de drenagem, mais

20 estável é a espuma.

25 O polímero da invenção no exemplo 40, tabela 13 foi produzido por um procedimento similar ao procedimento usado para a experiência Z no exemplo 6, tabela 5, com substituição de guar de hidroxipropila catiônico Jaguar® C162 por guar catiônico Precursor 2. O produto tinha um peso molecular de 555.532 Dáltons, reduzido a partir de um peso molecular de partida

30 da de 1.080.000 Dáltons para o guar de hidroxipropila catiônico de partida Jaguar C162.

Efeito comparativo de polímero da invenção vs. guar de hidroxipropila catiônico

propila catiônico comercial sobre viscosidade de gel de banho e estabilidade da espuma

Tabela 13

Ingredientes					
	Exemplo 38	Exemplo 39	Exemplo 40	Exemplo 41	Exemplo 42
água desionizada	46,19	44,69	26,19	45,99	45,69
Benecel ® 943	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Jaguar ® C162	0,0	2,00	0,0	0,2	0,5
Guar catiônico da invenção oriundo de C162	0,0	0,0	20,00 (10,0% de ingrediente ativo)	0,00	0,00
Steol ® CS330	23,06	23,06	23,06	23,06	23,06
Stepan ® Mild SL3 BA	11,8	11,8	11,8	11,8	11,8
Miranol ® C2M	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0
Crodasinic ® LS-30	7,25	7,25	7,25	7,25	7,25
Propileno glicol	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Euperlan ® PK 3000	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
EDTA dissódico	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Phenonip ®	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
ácido cítrico (5%)	ajustar pH	ajustar pH	ajustar pH	ajustar pH	ajustar pH
Água	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100
Total	100	100	100	100	100
gel de banho					
viscosidade (cps)	555	41400	3320	1390	3180
pH	5,6	5,6	5,8	5,2	5,4
tempo de	53,7 se-		94,7 segun-		92 segundos

drenagem de espuma (segundos)	gundos		dos		
Polímero					
Pm		1080880	555532	1080880	1080880
DS catiônico		0,1	0,1	0,1	0,1

(1) Beriecel® MP943	Hidroxipropilmetylcelulose	Aqualon, Wilmington, DE
(2) Jaguar® C162	Cloreto de hidroxipropiltrimônio de hidroxipropil de guar	Rhodia,
(3) Guar catiônico da invenção (10% de ingrediente ativo)	Cloreto de hidroxipropiltrimônio de hidroxipropil de guar	Aqualon, Wilm., DE
(4) Stepan® Mild SL3 BA	Sulfossuccinato de laureth de dissódio	Stepan Co. Northfield, IL
(5) Miranol® C2M Conc. NP	Cocoamphodiacetato de dissódio	Stepan Co. Northfield, IL
(6) Steol® CS330	sulfato de laureth de sódio	Stepan Co. Northfield, IL
(7) Phenonip®	Conservante	Clariant, Mt Holly, NC
(8) Crodasinic® LS-3	Sarcosinato de lauril sódico	Croda, Inc, Parsippany, NJ
(9) Propileno glicol, USR		M Industries, Gibbstown, NJ
(10) Euperlan® PK3000		Cognis, Amber, PA
(11) EDTA dissódico		VWR

#### Exemplos 43-47

Exemplos comparativos do efeito da concentração de polímero na viscosidade de sabão líquido e estabilidade da espuma para guar catiônico de alto peso molecular vs. polímero da invenção

Tabela 14 mostra o efeito da concentração de guar catiônico N-Hance® 3198 comercial na viscosidade do sabão líquido e sua estabilidade de espuma. A viscosidade aumenta de 123 cps para sabão líquido com nenhum polímero (Exemplo 43) a 23.400 cps com 1,5% de produto N-Hance 3198 comercial (Exemplo 46). O sabão líquido pode tornar-se difícil de se distribuir a tal alta viscosidade. Com o polímero da invenção (Exemplo 47) a 1,5% ingrediente ativo, a viscosidade da formulação era apenas 315 cps. Para manter tal baixa viscosidade o polímero comercial poderia apenas ser usado a 0,2% de nível de ingrediente ativo (Exemplo 44). No entanto, neste nível o sabão líquido tinha estabilidade de espuma inferior. A estabilidade de

espuma era apenas cerca de 30 segundos comparado aos cerca de 71 segundos com polímero desta invenção (Exemplo 47).

Preparação de sabão líquido

Natrosol hidroxietil celulose foi dispersado em água enquanto se misturava. A seguir, guar catiônico (N-Hance® 3198 comercial ou polímero desta invenção) foi adicionado enquanto se misturava. Os ingredientes Ammonyx® 4002, Bioterge® AS40 e Emerest® foram adicionados na ordem listada enquanto se misturava. A carga foi misturada em um banho-maria a 80°C water-bath até que o ingrediente Emerest® se dissolvesse. A seguir, a carga foi removida do banho-maria e foi deixada resfriar enquanto se misturava. Os ingredientes restantes foram adicionados enquanto a carga estava se resfriando para a temperatura ambiente.

**Tabela 14**

**Table 14**

Ingredients	Example 43	Example 44	Example 45	Example 46	Example 47
Deionized water	75.73	75.53	75.23	74.23	49.69
Natrosol® 250MR	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80
N-Hance® 3198	0.0	0.20	0.50	1.50	0.0
Cationic guar of Invention	0.0	0.0	0.0	0.0	26.04 (5.76% active)
Methylparaben	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
Ammonyx® 4002	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
Bioterge® AS-40	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
Emerest® 2400	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
Crodasimic® LS-30	6.66	6.66	6.66	6.66	6.66
Amphosol® CA	6.66	6.66	6.66	6.66	6.66
Propylene glycol	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
Glycerine	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
Disodium EDTA	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30
Water	q.s to 100	q.s to 100	q.s to 100	q.s to 100	q.s to 100
Total	100	100	100	100	100
Liquid soap					
Viscosity (cps)	123	443	2130	23450	315
pH	8.66	8.57	8.28	8.72	8.3
Lather drainage time (seconds)	20.3 seconds	30.3 seconds			71.3 second
Polymer					
Mw		995,781	995,781	995,781	378,076
Cationic DS		0.13	0.13	0.13	0.13

1- ingredientes

15 2- água desionizada

3- guar catiônico da invenção

- 4- metilparabeno
- 5- propileno glicol
- 6- glicerina
- 7- EDTA dissódico
- 5 8- água
- 9- sabão líquido
- 10 10- viscosidade (cps)
- 11- tempo de drenagem de espuma (segundos)
- 12- polímero
- 10 14- Pm
- 15 15- 26,04  
(5,76% de ingrediente ativo)
- (1) Benecel® MP943 Hidroxipropilmetylcelulose Aqualon, Wilmington, DE
- 15 (2) N-Hance® 3198 cloreto de hidroxipropiltrimônio guar Aqualon, Wilmington, DE
- (3) Guar catiônico da invenção (5,76 de ingrediente ativo)cloreto de hidroxipropiltrimônio guar Aqualon, Wilmington, DE
- (4) Metilparabeno Conservante Clariant, Mt Holly, NC
- 20 (5) Ammonyx® 4002 Cloreto de estearalcônio Stepan Co. Northfield, IL,
- (6) Bioterge® As-40 Sulfonato de olefina C14-C16 sódio (40%) Stepan Co. Northfield, IL
- (7) Emerset® 2400 Glicol estearato Cognis Inc. Amber, PA
- 25 (8) Crodasinic® LS-30 Sarcosinato de laurila de sódio Croda Inc, Parsippany, NJ
- (9) Propileno glicol, USP EM Industries, Gibbstown, NJ
- (10) Amphosol® CA Cocamidopropil betáína (35% de ingrediente ativo) Stepan Co. Northfield, IL
- 30 (11) EDTA dissódico VWR
- (12) Glicerina sintética Spectrum Bulk Chemicals  
New Brunswick, NJ

O polímero da invenção usado no exemplo 47, tabela 14 foi produzido por um procedimento similar ao procedimento usado para a experiência Z no exemplo 6, tabela 5 com a substituição de guar catiônico N-Hance 3198 por PRECURSOR 2.

5 Exemplos 48-50

Exemplos comparativos que demonstram estabilidade de loções de pele contendo o polímero da invenção vs. guar catiônico de alto peso molecular

Método de preparação de loção de pele:

Parte A: Em jarra de 236,56 ml (8 onças) de água foi pesada e  
10 foi colocada em um banho-maria a 80°C. Natrosol® foi filtrado enquanto se misturava. A seguir, N-Hance® 3215 ou polímero desta invenção foi adicionado seguido por glicerina.

Parte B: Em um recipiente separado Emerest® 2400 foi pesado e colocado no banho-maria a 80°C. Ingredientes restantes da parte B foram  
15 adicionados na ordem listada enquanto se misturava, Parte A.

Parte A foi lentamente adicionada a parte B enquanto se misturava. Temperatura foi mantida a 80°C.

Parte C: Parte C foi adicionada a Parte A/B. Mistura foi continuada enquanto se resfriava a 40°C. A seguir, o produto Germaben® foi adicionado e o resfriamento foi continuado enquanto se misturava. Viscosidade foi medida depois de 24 horas a 12 rpm, 25°C usando-se viscosímetro Brookfield LVT.

O polímero desta invenção no exemplo 50, tabela 15 foi produzido como descrito na experiência Y, no exemplo 6, tabela 5.

Table 15

Ingredients	Example 48	Example 49	Example 50
<b>Part A</b>			
Deionized water	78.25	77.25	69.20
Natrosol® 250MR	0.50	0.50	0.50
N-Hance® 3215	0.0	1.0	0.0
Cationic guar of Invention	0.0	0.0	9.05 (11.05% active)
Glycerine	2.0	2.0	2.0
<b>Part B</b>			
Emerest® 2400	2.75	2.75	2.75
Industrene® 5016K	2.50	2.50	2.50
Drakeol® 7	2.00	2.00	2.00
Lipolan® 98	0.50	0.50	0.50
Crodacol® C-95	0.25	0.25	0.25
<b>Part C</b>			
Deionized water	10.00	10.00	10.00
Triethanolamine	0.50	0.50	0.50
<b>Part D</b>			
Germaben® II	0.75	0.75	0.75
Water	q.s to 100	q.s to 100	q.s to 100
Total	100	100	100
<b>Skin lotion</b>			
Viscosity (cps)	1550	Phase separation	2800
PH	7.5		7.2
Polymer			
Mw		1,087,074	42,030
Cationic DS			

- 1- ingredientes
- 2- água desionizada
- 3- guar catiônico da invenção
- 4- glicerina
- 5 5- água
- 6- loção de pele
- 7- viscosidade (cps)
- 8- polímero
- 9- Pm
- 10 10- DS catiônico
- 11- 9,05 (11,05% de ingrediente ativo)
- 12- separação de fases
  - (1) Natrosol® 250MR Hidroxietilcelulose Aqualon, Wilmington, DE

- (2) N-Hance<sup>□</sup> 3215 Cloreto de hidroxipropiltrimônio guar A-qualon, Wilmington, DE
- (3) Guar catiônico da invenção (11,05% de ingrediente ativo) Cloreto de hidroxipropiltrimônio guar Aqualon, Wilmington, DE
- 5 (4) Industrene<sup>□</sup> 5016K Ácido estearico Witco Co. Memphis TN (5) Drakeol<sup>□</sup> 7 Óleo mineral Penreco, karrn City, PA
- (6) Emerset<sup>□</sup> 2400 Glicol estearato Cognis Inc. Amber, PA
- (7) Lipolan<sup>□</sup> 98 Acetato de Laneth-10 Lipo Chemicals, Inc., Patterson, NJ
- 10 (8) Crodadol<sup>□</sup> C-95 Álcool cetílico Croda Inc. Parsipanny, NJ
- (9) Trictanolamina J. T. Baker, Phillipsburg, NJ
- (10) Glicerina sintética Spectrum Bulk Chemicals New Brunswick, NJ
- 15 (11) Germaben<sup>□</sup> II Conservante ISP Wayne, NJ
- Na formulação de loções e cremes, estabilidade da formulação final é um alvo crítico para o formulador. Como demonstrado no exemplo 49, a emulsão de loção de pele com N-Hance 3215 comercialmente disponível mostrou separação de fases devido a instabilidade. A emulsão da loção sem 20 o polímero desta invenção, exemplo 48, tinha apenas cerca de 1.500 cps de viscosidade, e estava líquido. A emulsão da loção com polímero desta invenção não era apenas estável mas tinha viscosidade de cerca de 2.800 cps, tendo mais consistência quando distribuído.

Exemplos 51-53

- 25 Exemplos comparativos que demonstram estéticas de formulação aperfeiçada com o polímero da invenção vs. guar catiônico de alto peso molecular
- Método de preparação de protetor solar:

Parte A: Drakeol pesado em uma jarra de 236,56 ml (8 onças). A seguir, a jarra foi colocada em um banho ajustado a 70°C. Os ingredientes 30 restantes da Parte A foram adicionados na ordem listada, enquanto se misturava. Mistura foi continuada por 30 minutos a 70°C.

Parte B: Em uma jarra separava água foi pesada e então colo-

cada em banho-maria a 70°C. Polímero Natrosol® foi adicionado a água enquanto se misturava. A seguir, os ingredientes restantes da Parte B foram adicionados enquanto se misturava a 70°C.

Parte C: Parte C pré-misturada. Parte C foi adicionada a Parte B 5 uma vez que todos os ingredientes da Parte B foram dissolvidos. Parte B/C foi então adicionada a Parte A uma vez que ela tinha alcançado 70°C enquanto se misturava. Mistura foi continuada por 30 minutos a 70°C.

Parte D: A mistura das Partes A/B/C acima foi removida do banho-maria e foi deixada se resfriar até 50°C enquanto se misturava. O produto 10 Germaben II foi adicionado uma vez que a temperatura alcançou 50°C. Mistura foi continuada até que a emulsão de protetor solar alcançasse a temperatura ambiente.

O polímero da invenção no exemplo 53, tabela 16, foi preparado pelo processo descrito na experiência U, exemplo 6, tabela 5 ou "substitui-se 15 o polímero N-Hance 3198 por N-Hance 3215.

Tabela 16

Table 16

Ingredients	Example 51	Example 52	Example 53
<b>Part A</b>			
Drakeol® 7	13.00	13.00	13.00
Arlamol® E	6.00	6.00	6.00
Neo Heliopan® AV	3.00	3.00	3.00
Uvino® M40	0.0	0.0	9.05
Castor® Wax	1.40	1.40	1.40
Cril-6	1.20	1.20	1.20
Ariatone® T	1.00	1.00	1.00
Ozokerite®	1.00	1.00	1.00
Dehymuls® HRE7	0.50	0.50	0.50
<b>Part B</b>			
Deionized Water	40.50	39.50	30.72
Natrosol® 250 HHR CS	0.50	0.50	0.50
N-Hance® 3198	0.00	1.00	0.00
Product of this invention	0.00	0.00	9.78
Glycerine	3.00	3.00	3.00
<b>Part C</b>			
Deionized Water	23.10	23.10	23.10
Magnesium sulfate	0.70	0.70	0.70
<b>Part D</b>			
Germaben II	0.1	0.1	0.1
Sunscreen			
Viscosity (cps)	4310	13250	5570
PH	6.3	5.9	6.0
Polymer			
Mw		1,079,887	60,711
Cationic DS			

- 1- ingredientes
- 2- água desionizada
- 3- produto desta invenção
- 4- glicerina
- 5 5- sulfato de magnésio
- 6- protetor solar
- 7- viscosidade (cps)
- 8- polímero
- 9- Pm
- 10 10- DS catiônico
  - (1) Natrosol® 250 HHR CS Hidroxietilcelulose Aqualon, Wilmington, DE
  - (2) N-Hance® 3198 Cloreto de hidroxipropiltrimônio de guar Aqualon, Wilmington, DE
  - (3) Guar catiônico da invenção (10,23% de ingrediente ativo)
- 15

- Cloreto de hidroxipropiltrimônio de guar Aqualon, Wilmington,  
DE
- (4) Arlamol<sup>□</sup> E      Éter estearílico de PPG-15      Uniqema
- Americas New Castle, DE
- 5      (5) Drakeol<sup>□</sup> 7      Óleo mineral Penereco, Karrn City, PA
- (6) Neo Heliopan<sup>□</sup> HV      metoxicinamato de octila Symrise,  
Totowa, NJ
- (7) Uvinol<sup>□</sup> M40      Benzofenona-3      BASF, Mount Olive, NJ
- (8) Cera de rícino      Óleo de rícino hidrogenado      Frank B
- 10     Ross
- (9) Arlatone<sup>□</sup> T      Perolato Sorbitano de PPG-40      Uniqema
- Americas New Castle, DE
- (10) Cera de Ozokerite<sup>□</sup> Cera      Frank B. Ross
- (11) Dehymuls<sup>□</sup> HRE7      Óleo de rícino hidrogenado de PEG-
- 15     7      Cognis, Amber, PA
- (12) Germaben<sup>□</sup> II      Conservante ISP Wayne, NJ
- (13) Glicerina sintética      Spectrwn Bulk Chemicals  
New Brunswick, NJ
- (14) Sulfato de magnésio      J. T. Baker, Phillipsburg, NJ
- 20     Emulsões cremosas, brilhosas são desejáveis quando se formula loções de cuidado com sol. É também desejável gerar viscosidade suficiente para evitar que a loção pingue ou tenha uma consistência líquida, mas não seja demasiadamente espessa e difícil de espalhar. O protetor solar (exemplo 52) produzido com guar catiônico N-Hance<sup>□</sup> 3198 era suavemente granulado e tinha a cor quase branca além de uma viscosidade muito alta. O protetor solar produzido com o produto desta invenção (exemplo 52) não era apenas comparável em viscosidade com o protetor solar sem o polímero de condicionamento (exemplo 51) mas também brilhoso, branco e estável como o exemplo 51.
- 25
- 30     Exemplos 54-62:
- Exemplos comparativos que demonstram consistência e estabilidade aperfeiçoada para detergentes de lavanderia e amaciantes de pano contendo o

polímero da invenção vs. guar catiônico de alto peso molecular

Na formulação de amaciadores de pano e detergentes de lavanderia líquidos, a estabilidade da formulação e sua consistência são importantes para fornecer o desempenho do produto. Uma formulação de alta viscosidade pode não se misturar prontamente na máquina de lavar, levando a limpeza pobre de condicionamento de pano. Estabilidade pobre em uma formulação e separação da fase bruta dos ingredientes também negativamente provê desempenho.

5      sidade pode não se misturar prontamente na máquina de lavar, levando a limpeza pobre de condicionamento de pano. Estabilidade pobre em uma formulação e separação da fase bruta dos ingredientes também negativamente provê desempenho.

O polímero desta invenção descrito na tabela 17 foi preparado  
10    de acordo com o processo descrito para a experiência Y no exemplo 6, tabela 5.

Como mostrado na tabela 17, o polímero desta invenção foi pós-adicionado a 0,2% de nível de ingrediente ativo para o detergente de lavanderia líquido Tide® disponível comercialmente da Procter & Gamble Co. de  
15    Cincinnati, Ohio e para o detergente de lavanderia líquido Wisk da Unilever, Greenwich Connecticut. 0,2% de Guar catiônico N-Hance® 3215 disponível comercialmente foi pós-adicionado a estes detergentes de lavanderia.

Tabela 17

Table 17

Example	54	55	56
Laundry detergent	Tide® as received	Tide® with 0.2% of product of invention	Tide® with 0.2% N-Hance® 3215
Viscosity at 12 rpm	202 cps	214 cps	341 cps
pH	8.0	7.9	7.8
Comments	Clear blue	Slightly hazy blue	Hazy with settling
%T at 600nm			
Example	57	58	59
Laundry Detergent	Wisk® as received	Wisk® with 0.2% of product of invention	Wisk® with 0.2% N-Hance® 3215
Viscosity at 12 rpm	100 cps	95 cps	260 cps
pH	7.5	7.4	7.4
Comments	Hazy blue	Hazy blue	Opaque with settling
%T at 600nm			
Example	60	61	62
Fabric softener	Downy® as received	Downy® with 0.2% of product of invention	Downy® with 0.2% N-Hance® 3215
Viscosity at 12 rpm	120 cps	150 cps	Gel-like
pH	3.2	3.5	3.6
Comments	Opaque	Opaque	Opaque
%T at 600nm			

10

1- exemplo

20    2- detergente de lavanderia

- 3- viscosidade a 12 rpm
- 4- comentários
- 5- % de T a 600 nm
- 6- amaciante de pano
- 5 7- viscosidade a 12 rpm
- 8- Tide® como recebido
- 9- azul claro
- 10 - wisk® como recebido
- 11- azul enevoado
- 10 12- Downy® como recebido
- 13- opaco
- 14- Tide® com 0,2% de produto da invenção
- 15- azul suavemente enevoado
- 16- Wisk® com 0,2% de produto da invenção
- 15 17- Downy® com 0,2% do produto da invenção
- 18- Tide® com 0,2% de N-Hance® 3215
- 19- enevoado com deposição
- 20- Wisk® com 0,2% de N-Hance® 3215
- 21- opaco com deposição
- 20 22- Downy® com 0,2% de N-Hance® 3215
- 23- de tipo gel

O produto desta invenção não tinha nenhum efeito sobre a viscosidade do detergente de lavanderia líquido original e, era também compatível (exemplos 55 e 58). O produto N-Hance® 3215 demonstrou ser não compatível (exemplos 56 e 59).

Em um amaciante de pano o polímero da invenção não tinha nenhum impacto significativo sobre a viscosidade, e era estável a pH 3 a 3,5 (exemplo 61). Em contraste com isso, o polímero N-Hance® disponível comercialmente 3215 levou o amaciante de pano comercial a gelficar (exemplo 62), tornando-o inutilizável.

Exemplos 63-69

Exemplos comparativos que demonstram o efeito aperfeiçoado

de polímero da invenção sobre viscosidade de produto de lavagem de corpo de condicionamento vs. guar catiônico de alto peso molecular: para polímeros preparados por processo de degradação de peróxido e processamento combinado bioquímico de peróxido

5 Produtos de lavagem de corpo produzidas com o polímero da invenção nos exemplos 65 e 66, tabela 18, tinham viscosidade mais baixas em comparação com o produto N-Hance<sup>®</sup> 3000 disponível comercialmente, exemplo 64. No exemplo 65, o polímero foi produzido com degradação de peróxido de acordo com o procedimento descrito para a experiência AC no  
10 exemplo 6, tabela 5. No exemplo 66, o polímero foi produzido por tratamento seqüencial com peróxido seguido por degradação de enzima, como descrito no exemplo 8C.

Produtos de lavagem de corpo na tabela 19 produzidos com o polímero da invenção (exemplos 68-69) tinham viscosidade muito mais baixa  
15 em comparação com o produto de lavagem de corpo produzido com PRECURSOR 3 (exemplo 67). De fato, a lavagem produzida com PRECURSOR 3 era quase como um gel. O polímero da invenção usado no exemplo 68 foi produzido com degradação de peróxido, como descrito nas experiências AA e AB no exemplo 6, tabela 5. O polímero da invenção usado no exemplo 69,  
20 foi produzido por tratamento seqüencial com enzima seguido por degradação de peróxido, como descrito no exemplo 8B.

Tabela 18

Table 18

Ingredients	Example 63	Example 64	Example 65	Example 66
Deionized water	118.75	114.68	43.75	43.75
Rhodapex ES-STD	87.5	87.5	87.5	87.5
N-Hance® 3000	0.0	4.072	0.0	0.0
Cationic guar of Invention (5% active)	0.0	0.0	75.0	75.0
Amphosol® CA	30.0	30.0	30.0	30.0
Ninol® COMF	5.0	5.0	5.0	5.0
Sodium Chloride 20%	6.0	6.0	6.0	6.0
Glydant®	1.25	1.25	1.25	1.25
Citric Acid (5%)	Adjust pH	Adjust pH	Adjust pH	Adjust pH
Water	q.s.t.o 250	q.s.t.o 250	q.s.t.o 250	q.s.t.o 250
Total	250	250	250	250
Shower gel				
Viscosity (cps)	9550	75000	27100	22230
pH	5.3	5.15	5.25	5.31
Polymer				
Mw		923655	330717	131308
Cationic DS		0.06	0.06	0.06

- 1- ingredientes
- 2- água desionizada
- 3- guar catiônico da invenção (5% de ingrediente ativo)
- 4- cloreto de sódio 20%
- 5 5- ácido cítrico
- 6- água
- 7- gel de banho
- 8- viscosidade (cps)
- 9- polímero
- 10 10- Pm
- 11- DS catiônico
- 12- ajustar pH
- Todas as viscosidades foram medidas a 12 rpm, 2 mins de rotação de eixo usando-se Brookfield LVT. Amostras foram condicionadas a 15 25°C.
- (2) N-Hance® 3000 Cloreto de hidroxipropiltrimônio de hidroxipropil de guar Aqualon, Wilmington, DE
- (3) Guar catiônico da invenção (5,0% de ingrediente ativo) Cloreto de hidroxipropiltrimônio de hidroxipropil de guar no e-
- 20 exemplo 65 Aqualon, Wilmington, DE

- (3) Guar catiônico da invenção (5,0% de ingrediente ativo)  
 Cloreto de hidroxipropiltrimônio de hidroxipropil de guar no exemplo 66 Aqualon, Wilmington, DE
- 5 (4) Rhodapex® ES-STD Sulfato de Laureth de sódio (3)  
 Rhodia, Cranberry, NJ
- (5) Amphosol® CA Cocamidopropil betaina Stepan Co., Northfield, IL
- (6) Ninol COMF Cocamida MEA Stepan Co., Northfield, IL
- 10 (7) Glydant® DMDMHydantion Lonza Corp, Fair Lawn, NJ  
 (8) Ácido cítrico J. T. Baker, Philipsburg, NJ

Tabela 19Table 19

Ingredients	Example 67	Example 68	Example 69
Deionized water	114.52	43.75	43.75
Rhodapex ES-STD	87.5	87.5	87.5
N-Hance® 3000	4.235	0.0	0.0
Cationic guar of Invention (5% active)	0.0	75.0	75.0
Amphosol® CA	30.0	30.0	30.0
Ninol® COMF	5.0	5.0	5.0
Sodium Chloride 20%	6.0	6.0	6.0
Glydant®	1.25	1.25	1.25
Citric Acid (5%)	Adjust pH	Adjust pH	Adjust pH
Water	q.s.t.o 250	q.s.t.o 250	q.s.t.o 250
Total	250	250	250
Shower gel			
Viscosity (cps)	Gel-like	65200	35750
pH	5.4	5.3	5.4
Polymer			
Mw	999145	719515	963759
Cationic DS	0.9	0.9	0.9

1- ingredientes

2- água desionizada

- 15 3- guar catiônico da invenção (5% de ingrediente ativo)  
 4- cloreto de sódio 20%  
 5- ácido cítrico (5%)  
 6- água

- 7- gel de banho
- 8- viscosidade (cps)
- 9- polímero
- 10- Pm
- 5 11- DS catiônico
- 12- ajustar pH
- 13- de tipo gel

10 Todas as viscosidades foram medidas a 12 rpm, 2 minutos de rotação de eixo usando-se Brookfield LVT. Amostras foram condicionadas a 10 25°C.

- (2) PRECURSOR 3 Cloreto de hidroxipropiltrimônio de hidroxipropil de guar Aqualon, Wilmington, DE
- (3) Guar catiônico da invenção (5,0% de ingrediente ativo)  
Cloreto de hidroxipropiltrimônio de hidroxipropil de guar no exemplo 68 Aqualon, Wilmington, DE
- (3) Guar catiônico da invenção (5,0% de ingrediente ativo)  
Cloreto de hidroxipropiltrimônio de hidroxipropil de guar no exemplo 69 Aqualon, Wilmington, DE
- (4) Rhodapex<sup>□</sup> ES-STD Sulfato de Laureth de sódio (3)  
20 Rhodia, Cranberry, NJ
- (5) Amphosol<sup>□</sup> CA Cocamidopropil betaina Stepan Co., Northfield, IL
- (6) Ninol COMF Cocamida MEA Stepan Co., Northfield, IL
- 25 (7) Glydant<sup>□</sup> DMDMHydantion Lonza Corp, Fair Lawn, NJ
- (8) Ácido cítrico J. T. Baker, Philipsburg, NJ

Tabela 20: Teor de grupo oxidativo de polímeros da invenção

30 Os resultados da tabela 20 mostram as diferenças em composição entre materiais da invenção preparados pelos procedimentos no exemplos 6, 7 ou 8a, b, c versus exemplo 8d e versus os polímeros catiônicos de alto peso molecular comerciais no mercado. Soluções dos polímeros foram analisados usando-se um método específico para a detecção de grupos al-

deídos (Analytical Biochemistry, 1983, 134, 499-504). Os resultados oriundos destes testes são mostrados pelos resultados do teste colorimétrico na Tabela 20 como absorbância a 595 nm/gram de polímero, ou como miliequivalente de aldeído/grama de polímero.

5 Como mostrado pelos resultados na Tabela 20, materiais da invenção preparados pelos procedimentos nos Exemplos 6, 7, or 8a-c produziram materiais tendo absorbância significativas, como medidas pelo método de Purpald [H. B. Hopps, Aldrichimica ACTA, 2000, 33(1), 28-30]. Este método é específico para detecção de aldeído. Absorbância desprezível foi detectada em materiais por este método, que foram preparados de acordo com o procedimento no exemplo 8d ou no guar catiônico de partida ou outros materiais de guar catiônico comerciais.

10 Estes resultados indicam que materiais preparados através de tratamentos que incluem um agente oxidativo, como um tratamento reativo simples, ou em mistura com tratamento com enzima hidrolítica, produzirão um material de baixo peso molecular com uma quantidade mensurável de grupos aldeídos no polímero. Usando-se uma titulação iodométrica indireta, o nível de aldeído em algumas amostras foi quantificado e uma equação de calibração foi criada para converter de Absorbância/grama em miliequivalente de aldeído/grama. Como determinado por este método, o nível de grupos aldeído nos materiais da invenção é pelo menos 0,001 meq/g. A equação de calibração é mostrada na equação (2). Os valores de meq/grama de aldeído mostrados na tabela 20 foram determinados pela equação (2), (pg: 52) com a exceção do exemplo 8-4, que foi medida diretamente. Para o exemplo 9 nas tabelas 20 e 21, o teor de aldeído foi determinado pela análise de açúcar do produto de guar hidrolisado por ácido usando-se HPLC, para se obter a razão de galactose/manose para o precursor de guar catiônico de partida e o produto de guar catiônico oxidado. O teor de aldeído do guar catiônico oxidado era de 23%, que corresponde a 0,41 mmol de aldeído/grama de polímero.

$$(2) \text{absorbância/grama} = 445,52 (\text{meq aldeído/g}) + 0,9953$$

Tabela 20. Aldeído de peso molecular médio por peso de poligalactomana-

nos oxidatos catiônicos

**Táble 20. Aldehyde and Weight Average Molecular Weight of Cationic Oxidized Polylactomannans**

Example	Experiment Example	Average MW	Absorbance /gram polymer <sup>1</sup>	Aldehyde meq/gram
Example 6. Chemical Decomposition Process with Oxidative Reagent				
6-1	U	417,000	4.78	0.0085
6-2	U	119,000	5.65	0.01035
6-3	W	919,000	1.84	0.0019
6-4	W	434,000	4.12	0.007
6-5	W	292,000	3.85	0.00625
6-6 <sup>2</sup>	W		4.20	0.0072
Example 8a-c. Biochemical Decomposition Process Couples with Oxidative Reagent				
8a-1		63,000	5.88	0.0109
8a-2		52,800	8.6	0.0800
8a-3		36,100	13.64	0.02835
8a-4		38,800	13.01	0.0269
Example 8d. Biochemical Process with No Oxidative Reagent				
8d-1		65,000	0.16	0
8d-2		44,700	0.28	0
Example 9. Biochemical Process with Biochemical Oxidation Reagent				
9		40,000		0.41
Commercial Cationic Polymers				
N-Hance 3215		1,200,000	1.4 <sup>3</sup>	0
N-Hance 3196		1,400,000	0.55	0
Jaguar C162		1,070,000	0	0
Jaguar Excel		1,200,000	0	0
Ucare Polymer JR400		500,000	0.78	0
Reagent Blank			0.09	0
1. Aldrichimica ACTA, 2000, V33, No1., p 28-30				
2. Ammonium Persulfate Used in Place of Hydrogen Peroxide in Process				
3. Turbidity and haze in sample gave value of 1.4-no purple color detected				

- 1- exemplo
- 2- exemplo de experiência
- 5 3- peso molecular médio
- 4- absorbânia/grama de polímero<sup>1</sup>
- 5- meq. de aldeído/grama
- 6- exemplo 6. processo de decomposição química com reagente oxidativo
- 7- exemplo 8a-c. acoplamentos de processo de decomposição bioquímica
- 10 com reagente oxidativo
- 8- exemplo 8d. processo bioquímico com nenhum reagente oxidativo
- 9- exemplo 9. processo bioquímico com reagente de oxidação bioquímico
- 10- polímeros catiônicos comerciais
- 11- reagente em branco

12- 2. persulfato de amônio usado no lugar de peróxido de hidrogênio no processo

3. turbidez e névoa na amostra deram valor de 1,4 - nenhuma cor roxa detectada

5

Tabela 21

Table 21

Table 21

Table	Example	Experiment	Product of This Invention						
			Precursor	Viscosity, cP #4 at 0.3 rpm	Viscosity, cP #4 at 30 rpm	% Polymer Solids	Molecular weight	Aldehyde meq/g of polymer	
1A	1	A	N-Hance 3205	12,000	60	10	2,803		
1A	1	B	N-Hance 3205	6,000	120	10	16,653		
1A	1	C	N-Hance 3205	10,000	240	10	3,597		
1A	1	D	N-Hance 3205	4,000	160	10	21,608		
1A	1	E	N-Hance 3205	6,000	480	10	39,733		
1A	1	F	N-Hance 3205	Not available	Not available	10	91,000		
2	2	G	N-Hance 3205	30,000	1,980	10	160,050		
2	2	H	N-Hance 3205	64,000	1,180	10	273,128		
2	2	I	N-Hance 3205	1,014,000	>20,000	10	610,515		
2	3	J	N-Hance 3215*	12,000	580	10	57,758		
5	6	S	N-Hance 3215*	12,000	580	10	57,768		
2	3	K	N-Hance 3215*	18,000	1,300	10	109,318		
5	6	T	N-Hance 3215*	18,000	1,300	10	109,318		
2	3	L	N-Hance 3215*	110,000	>20,000	10	363,145		
3	4	M	JAGUAR C135	74,000	>20,000	10	317,145		
3	4	N	JAGUAR C-162	50,000	>20,000	10	555,532		
3	4	O	N-Hance 3215*	6,000	180	10	52404		
4	5	P	3205	40,000	2,500	10	141,033		
4	5	Q	3205	148,000	11,920	10	238,807		
4	5	R	3205	856,000	>20,000	10	622,745		
6	Method U	U**	N-Hance 3188 *	12,000	600	10	50,400		
6	Method U	U**	N-Hance 3188*	18,000	600	10	42,700		
6	Method U	U**	N-Hance 3215*	18,000	1,120	10	70,700		
6	Z**	PRECURSOR 2 *	6,000	240	5	367,000			
6	Z**	N-Hance 3188 *	18,000	3,320	5	407,000			
6	Z**	3205	52,000	11,180	5	548,000			
6	Z**	PRECURSOR 4 *	8,000	100	5	247,000			
6	Z**	PRECURSOR 4 *	6,000	780	5	686,000			
6	Z**	PRECURSOR 2 *	2,000	80	5	27,900			
6	Method U	U**	N-Hance 3215*	8,000	440	10.00	50,200		
6	Method U	U**	N-Hance 3215*	76,000	6,000	10.00	197,000		
6	Method U	U**	Cat.HEC	4,000	360	10	179,000		
5	6	Method AC	AC**	N-Hance 3000*	24,000	2,780	5	384,000	
6	Method AC	AC**	N-Hance 3000*	6,000	5	329,000			
	BC		N-Hance 3000*	10,000	140	5	131,000		
5	6	AA	Precursor 3	10,000	1,080	5	719,000		
5	6	AB	Precursor 3	8,000	40	5	191,000		
	8b		Precursor 3	24,000	4,180	5	964,000		
	8b		Precursor 3	10,000	320	6	711,551		
	8b		Precursor 3	4,000	160	5	577,412		
	8b	8b2	Precursor 3	10,000	200	5	651,239		
6	Method AA	AA	3000*	16,000	5,740	5	292,933	0.00588	
5	6	Y	3215*	10,000	640	11	42,030	0.00267	
	9		3215		120		40,000	0.41	
	70		50/50 N-Hance 3000/Polymer LR30M	8,000	720	10	97374	0.00267	
72-1	AC plus chitosan**	80/20 N-Hance 3000 plus Chitosan	14,000	2220	5	334,000			
72-2	8B plus Chitosan**	90/10 PRECURSOR 3 plus Chitosan	8000	3920	5	984,000			
		The polymer was preblended with 2 to 3% Fumaric Acid							
		***Peroxide and precursor polymer was varied to obtain polymer of invention listed in experiment							
		Viscosities were measured using Brookfield LVT viscometer Model DV-IV+							
		At 30 rpm maximum viscosity reading possible is 20,000 cps							
		At 0.3 rpm maximum viscosity reading possible is 2,000,000 cps							
		***Chitosan from Vanson Incorporated has 88% deacetylation and 1.0% Brookfield viscosity of 600 cps							

1- tabela 21

- 2- tabela
- 3- exemplo
- 4- experiência
- 5- produto desta invenção
- 5 6- precursor
- 7- viscosidade, cP n° 4 a 0,3 rpm
- 8- viscosidade, cP n° 4 a 30 rpm
- 9-% de sólidos de polímero
- 10 10- peso molecular
- 11- meq. de aldeído/g de polímero
- 12- 50/50 N-Hance 3000\*/polímero LR30M
- 13- AC mais quitosano\*\*\*
- 14- 8B mais mais quitosano\*\*\*
- 14a- 80/20 N-Hance 3000 + quitosano
- 15 15- 90/10 PRECURSOR 3 mais quitosano
- 16- \* o polímero foi pré-combinado com 2 a 3% de ácido fumárico
- 17- \*\* peróxido e polímero precursor eram variados para se obter polímero da invenção listado na experiência
- 17- viscosidades foram medidas usando-se viscometro de Brookfield LVT
- 20 20- modelo DV-I<sup>+</sup>
- 18- a 30 rpm leitura de viscosidade máxima é de 20.000 cps
- 29- a 0,3 rpm leitura de viscosidade máxima é de 2.000 cps
- 20- \*\* quitosano oriundo de Vanson incorporado tem 88% de desacetilação e 1,0% de viscosidade de Brookfield de 660 cps
- 25 25- Tiras de teste revestidas com reagente Purpald (E-M Science) foram também usadas para medir teor de aldeído em amostras preparadas pelos métodos nos exemplos 6 e 8a-c. Estes resultados são mostrados na tabela 21 juntamente com os dados de viscosidade e dados de PM para os produtos desta invenção. Combinados entre si, os resultados nas tabelas 20
- 30 30- e 21 demonstram que os produtos desta invenção têm um teor de aldeído de pelo menos 0,001 meq/grama e o limite de viscosidade Brookfield para os produtos desta invenção é 40 cps a 30 rpm, 25°C, sp 4 e o limite superior de

viscosidade Brookfield superior é 2.000.000 cps a 0,3 rpm, 25°C, sp. 4.

Exemplo 70

Processo oxidativo químico para mistura de polímero

Preparação de polissacarídeo catiônico líquido de baixo peso molecular a

5 partir da mistura de polissacarídeo catiônico de alto peso molecular:

50 g de DS catiônico 0,06 foi combinado com 50 g de HEC catiônico (polímero LR30M da Dow Chemical, Midland Michigan) e com 1,25 g de ácido fumárico. 816 g de água foram aquecidos a cerca de 90°C. A seguir, 75 g de peróxido de hidrogênio a 1,0% foram adicionados. Misturados 10 por cerca de 30 minutos e então 18,1 g de peróxido de hidrogênio a 1,0% foram adicionados. Duas adições adicionais de 18,1 g de peróxido de hidrogênio a 1,0% foram feitas a intervalos de cerca de 30 minutos enquanto se misturava. Misturados por cerca de 90 minutos depois da última adição de peróxido. A seguir, 0,95 grama de metabissulfito de sódio foi adicionado. A 15 solução foi preservada com Phenoxetol a 0,5% e Nipasept sódico a 0,18%. Detalhes sobre o polímero da invenção desta experiência são providos na tabela 21.

Este exemplo demonstra que os polímeros da presente invenção podem ser preparados usando-se misturas de polímeros funcionais.

20 Exemplo 71

Os seguintes exemplos demonstram que os polissacarídeos oxidados catiônicos de baixo peso molecular desta invenção podem ser incorporados em formulações de cuidado pessoal contendo materiais de silicone, e as viscosidades dos produtos resultantes são significativamente reduzidos 25 quando comparadas com as viscosidades de formulações de silicone contendo polissacarídeos catiônicos comerciais de alto peso molecular disponíveis no mercado. Os materiais de silicone podem estar na forma de polímeros ou oligômeros de um ciclossiloxano, siloxano linear, siloxano terminado com hidróxi, estrutura de siloxano de enxerto ou de favo com grupos poliol, 30 amino ou outros grupos funcionais presentes na estrutura de siloxano.

Uma formulação de xampu aniônica foi usada para estas experiências constituída dos ingredientes na tabela 22. A formulação foi preparada

por misturação dos tensoativos e água a 60C por 1 hora, resfriamento da mistura até 35C e adição da emulsão de silicone. Os xampus continham emulsão de Silicones GE SM555 a 0,5% em peso de teor de silicone. O guar catiônico de baixo peso molecular oriundo do exemplo 6, tabela 5, exemplo 5 cia Y foi incorporado no xampu no exemplo 71-1 e comparado com xampus contendo guars catiônicos comerciais de alto peso molecular nos exemplos 71-2 até 71-5 e com um xampu comercial no exemplo 71-6. Viscosidades dos xampus foram medidas usando-se um viscometro Brookfield LVT, sp. 4, a 0,3 e 30 rpm a temperatura ambiente.

10

Tabela 22

Formulation Ingredient	Tradename	Manufacturer	Shampoo		
			pH	0.3 rpm viscosity/ cps	30 rpm viscosity/ cps
Ammonium Lauryl Sulfate	Stepanol AM	Stepan Company, Northfield, Illinois			
Ammonium Lauryl Ether Sulfate	Sted CA-330	Stepan Company, Northfield, Illinois			
Cocoamidopropyl betáine	Amphosol CA	Stepan Company, Northfield, Illinois			
Deionized Water					
Dimeticanol Emulsion	SM555	GE Silicones, Waterford, NY			
Guar hydroxypropyltrimonium chloride			6	42,000	14,100
Hydroxypropylguar hydroxypropyltrimonium chloride			6.2	102,000	36,600
Guar hydroxypropyltrimonium chloride			6.1	136,000	44,050
Guar hydroxypropyltrimonium chloride			6	132,000	36,300
Guar hydroxypropyltrimonium chloride			6.1	108,000	43,200
Commercial Product Silicone Shampoo with guarhydroxypropyltrimonium chloride		Helene Curtis			
					10,200
					Stable

- 1- exemplo 71
- 2- xampu
- 3- ingrediente de formulação
- 4- marca registrada
- 15 5- fabricante
- 6- sulfato de lauril de amônio
- 7- cocoamidopropil betáina
- 8- água desionizada
- 9- emulsão de dimeticanol
- 20 10- cloreto de hidroxipropiltrimônio de guar
- 11- cloreto de hidroxipropiltrimônio de hidroxipropilguar

12- cloreto de hidroxipropiltrimônio de guar

13- xampu de silicone de produto comercial com cloreto de hidroxipropiltrimônio de guar

14- estável

5 Os resultados na tabela 22 demonstram que as viscosidades de xampu desejáveis são obtidas com o polímero da invenção e os xampus não mostram separação de fases. Os xampus formulados com os polímeros catiônicos comerciais de alto peso molecular são indesejavelmente viscosos e difíceis de despejar. Misturas dos polissacarídeos oxidados catiônicos desta 10 invenção com outros polímeros solúveis em água podem também ser incorporadas em formulações de cuidado pessoal contendo oligômeros e polímeros de silicone para produzir sistemas estáveis.

Os polissacarídeos oxidados catiônicos desta invenção e suas mistura binárias e terciárias com outros polímeros funcionais, por exemplo, 15 quitosano, copolímeros e homopolímeros de polivinilpirrolidona, copolímeros e homopolímeros de acrilamida, hidroxietilcelulose catiônica de alto peso molecular, guars catiônicos de alto peso molecular, e polímeros hidrofóbicos (também conhecidos como polímeros associativos) podem ser projetados para aperfeiçoar a eficácia de deposição, fornecimento, estabilidade e estética 20 (isto é, espumação) da formulação de óleos de condicionamento tais como silicones e outros agentes de condicionamento para cabelo, pele e substratos têxteis. Estas misturas podem também aperfeiçoar eficácia de fornecimento de outros ingredientes, tais como compostos antimicrobianos, compostos anticaspas, agentes de condicionamento, fragrâncias, ingredientes 25 ativos de protetor solar, emolientes, umectantes, medicamentos tais como remédios antipsoríase, auxiliares de modelagem tais como copolímeros de polivinilpirrolidona, agentes de engomagem, etc. para cabelo, pele e substratos têxteis. Algumas misturas do polímero desta invenção com polímeros 30 funcionais solúveis em água são demonstrados na tabela 72, e as viscosidades das misturas são mostradas na tabela 21. Uma variedade de misturas de polímero com os polímeros desta invenção pode ser preparada, e este exemplo não se destina a incluir todos.

Exemplo 72

Este exemplo demonstra que os polímeros da presente invenção podem ser combinados com outros polímeros funcionais. A viscosidade de cada mistura é mostrada na tabela 21.

- 5                   Uma dispersão de 5% de quitosano (Vanson Incorporated, Redmond, Washington; 88% de desacetilação, 1% de viscosidade: 660 cps) foi preparada pela mistura de 2,1 gramas de quitosano com uma dispersão de 6% de ácido fumárico. Duas misturas foram preparadas usando-se esta dispersão:
- 10                  72-1    25,3 gramas de dispersão de quitosano foram misturados com 90,5 gramas da exemplo 6 experiência AC para produzir uma dispersão. A viscosidade de 24 horas desta dispersão foi medida em um viscometro Brookfield a 0,3 e 30 rpm a temperatura ambiente e demonstrou ser de 14.000 e 2.220 cps, respectivamente.
- 15                  72-2    11,4 gramas de dispersão de quitosano foram misturados com 94,1 gramas do exemplo 8B (PM964.000) para produzir a dispersão. A viscosidade de 24 horas desta dispersão foi medida em um viscometro Brookfield a 0,3 e 30 rpm a temperatura ambiente e demonstrou ser de 8.000 e 3.920 cps, respectivamente.
- 20                  Embora a invenção tenha sido descrita com relação a concretizações específicas, deveria ser entendido que a invenção não deveria estar limitada à mesma e que muitas variações e modificações são possíveis sem se afastar do espírito e escopo da invenção.

## REIVINDICAÇÕES

1. Composição de cuidado pessoal ou cuidado doméstico, caracterizada pelo fato de que compreende pelo menos um polissacarídeo oxidado e catiônico apresentando um peso molecular médio de 42.030 a 5 1.000.000, e apresentando um teor de funcionalidade de aldeído de pelo menos 0,001 meq/gram do polissacarídeo, em que a composição de cuidado pessoal ou cuidado doméstico contendo 1,82% em peso do polissacarídeo oxidado e catiônico apresenta uma transmitância de luz de 83,8% a um comprimento de onda de 600 nm em uma solução aquosa.
- 10 2. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que pelo menos um polissacarídeo oxidado e catiônico apresenta uma viscosidade Brookfield a 30 rpm, a 10% em peso de sólidos do polissacarídeo e a 25°C de 30 cps a 2.000.000 cps.
- 15 3. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que apresenta um grau catiônico de substituição (DS) de cerca de 0,001 a cerca de 3,0.
4. Composição de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o limite inferior do grau catiônico de substituição (DS) é 0,01.
- 20 5. Composição de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o limite inferior do grau catiônico de substituição (DS) é 0,05.
6. Composição de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o limite inferior do grau catiônico de substituição (DS) é 0,1.
- 25 7. Composição de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o limite superior do grau catiônico de substituição (DS) é 2,0.
8. Composição de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o limite superior do grau catiônico de substituição (DS) é 30 1,0.
9. Composição de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o limite superior do grau catiônico de substituição (DS) é

0,5.

10. Composição de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o limite superior do grau catiônico de substituição (DS) é 0,25.

5 11. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o polissacarídeo catiônico é derivado por uma porção derivada selecionada a partir do grupo consistindo em alquila, hidroxialquila, alquilhidroxialquila e carboximetila, em que a alquila tem uma cadeia de carbono contendo de 1 a 22 carbonos, e a hidroxialquila é selecionada a partir 10 do grupo consistindo em hidroxietila, hidroxipropila, e hidroxibutila.

12. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o polissacarídeo é selecionado a partir do grupo consistindo em celulose, amido, dextrano e poligalactomanano.

13. Composição de acordo com a reivindicação 12, caracterizada 15 pelo fato de que o polissacarídeo é um poligalactomanano que é guar ou alfarroba.

14. Composição de acordo com a reivindicação 12, caracterizada pelo fato de que o polissacarídeo é um derivado de éter de celulose.

15. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada 20 pelo fato de que a porção catiônica é um composto de amônio quaternário.

16. Composição de acordo com a reivindicação 15, caracterizada pelo fato de que o composto de amônio quaternário é selecionado a partir do grupo consistindo em cloreto de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamônio, cloreto de 2,3-epóxi-propiltrimetilamônio, brometo de 3-cloro-2-25 hidroxipropiltrimetilamônio, brometo de 2,3-epóxi- propiltrimetilamônio; cloreto de glicidiltrimetilamônio, cloreto de glicidiltetramônio, cloreto de glicidiltrimetilamônio, cloreto de glicidiletildimetilamônio, cloreto de glicidildietilmetilamônio, e seus iodetos e brometos correspondentes; cloreto de 3-cloro-2- hidroxipropiltrimetilamônio, cloreto de 3-cloro-2- hidroxipropiltrimetilamônio, cloreto de 3-cloro-2-30 hidroxipropiletildimetilamônio, e seus iodetos e brometos correspondentes; e haletos de compostos contendo anel de imidazolina.

17. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o limite inferior do peso molecular médio é 50.000.
18. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o limite inferior do peso molecular médio é 75.000.
- 5 19. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o limite inferior do peso molecular médio é 100.000.
20. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o limite superior do peso molecular médio é 1.000.000.
- 10 21. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o limite superior do peso molecular médio é 600.000.
22. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o limite superior do peso molecular médio é 300.000.
23. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o limite superior do peso molecular médio é 150.000.
- 15 24. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o limite inferior da viscosidade Brookfield a 30 rpm do polissacarídeo é 50 cps.
- 25 25. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o limite inferior da viscosidade Brookfield a 30 rpm do polissacarídeo é 100 cps.
26. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o limite inferior da viscosidade Brookfield a 30 rpm do polissacarídeo é 300 cps.
27. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o limite superior da viscosidade Brookfield a 30 rpm do polissacarídeo é 10.000 cps.
28. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o limite superior da viscosidade Brookfield a 30 rpm do polissacarídeo é 5.000 cps.
- 30 29. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o limite superior da viscosidade Brookfield a 30 rpm do polissacarídeo é 2.000 cps.

30. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o limite inferior da viscosidade Brookfield a 0,3 rpm do polissacarídeo é 50.000 cps.

31. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada 5 pelo fato de que o limite inferior da viscosidade Brookfield a 0,3 rpm do polissacarídeo é 100.000 cps.

32. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o limite inferior da viscosidade Brookfield a 0,3 rpm do polissacarídeo é 150.000 cps.

10 33. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o limite superior da viscosidade Brookfield a 0,3 rpm do polissacarídeo é 1.000.000 cps.

15 34. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o limite superior da viscosidade Brookfield a 0,3 rpm do polissacarídeo é 500.000 cps.

35. Composição de acordo com a reivindicação 2, caracterizada pelo fato de que o limite superior da viscosidade Brookfield a 0,3 rpm do polissacarídeo é 250.000 cps.

36. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada 20 pelo fato de que ainda compreende um membro selecionado a partir do grupo consistindo em colorante, conservante, antioxidante, ácido alfa- ou beta-hidróxi, aumentador de atividade, emulsificador, polímero funcional, agente de viscosificação, álcool, composto graxo ou de gordura, composto antimicrobiano, anticaspa, volumizadores, agentes antiestáticos, umidificadores, 25 auxiliares de modelagem, piritona de zinco, material de silicone, polímero de hidrocarboneto, emolientes, óleo, tensoativos, agentes de suspensão, agente de cuidado com o sol e suas misturas.

37. Composição de acordo com a reivindicação 36, caracterizada 30 pelo fato de que o polímero funcional é selecionado a partir do grupo consistindo em copolímeros de ácido acrílico aniónicos, hidrofobicamente modificados e anfotéricos, homopolímeros e copolímeros de vinilpirrolidona e, copolímeros de vinilpirrolidona catiônicos, polímeros celulósicos não iôni-

cos, catiônicos, aniônicos e anfotéricos, homopolímeros de acrilamida, copolímero de acrilamida catiônico, aniônico, anfotérico e hidrofobicamente modificado, polímero e copolímero de polietileno glicol, polieter hidrofobicamente modificado, polieteracetal hidrofobicamente modificado, um polímero associativo, polímero celulósico hidrofobicamente modificado, copolímero óxido de polietilenoóxido propileno, quitosano, argila, e polissacarídeos não iônicos, aniônicos, hidrofobicamente modificados, anfotéricos, catiônicos, quitosano, amido, alginatos, goma de Konjack, argila, poloxâmero (polímero por blocos de polioxietileno/polioxipropileno) e suas misturas.

10 38. Composição de acordo com a reivindicação 36, caracterizada pelo fato de que o polímero celulósico não iônico, catiônico, aniônico e anfotérico é selecionado a partir do grupo consistindo em hidroxietilcelulose, hidroxipropilcelulose, hidroxipropilmetylcelulose, carboximetilcelulose, carboximetilcelulose hidrofobicamente modificada, hidroxietilcelulose catiônica, 15 hidroxietilcelulose catiônica hidrofobicamente modificada, hidroxietilcelulose hidrofobicamente modificada, hidroxipropilcelulose hidrofobicamente modificada, hidroxipropilcelulose catiônica hidrofobicamente modificada, carboximetilhidroxietilcelulose catiônica, e hidroxipropilcelulose catiônica.

39. Composição de acordo com a reivindicação 36, caracterizada pelo fato de que o poligalactomanano não iônico, aniônico, hidrofobicamente modificado, anfotérico e catiônico é selecionado a partir do grupo consistindo em carboximetil guar, hidroxipropil guar, guar hidrofobicamente modificada, cloreto de hidroxipropiltrimetilamônio carboximetil guar, cloreto de hidroxipropiltrimetilamônio guar, e cloreto de hidroxipropiltrimetilamônio hidroxibutil guar, hidroxietil guar, cloreto de hidroxipropiltrimetilamônio hidroxietil guar, e alfarroba.

40. Composição de acordo com a reivindicação 36, caracterizada pelo fato de que o agente de viscosificação é selecionado a partir do grupo consistindo em NaCl, NH<sub>4</sub>Cl, KCl, e álcoois graxos, ésteres de ácido graxo, amidas de ácido graxo, éteres de polietilenoglicol de álcool graxo, éteres de polietilenoglicol de sorbitol, ésteres de ácido graxo de polietilenoóxido,

monoestearato ou diestearato de etilenoglicol, betáína de cocamidopropila, argilas, sílicas, polímeros celulósicos, xantano, alginatos, guar e derivados de guar, carragenina, farinha de Konjac, gelatina, dextrina, pectina, amido e suas misturas.

5           41. Composição de acordo com a reivindicação 36, caracterizada pelo fato de que o material de silicone é selecionado a partir do grupo consistindo em ciclossiloxano, siloxano linear, estrutura de siloxano de enxerto ou de crista com poliol, amina, amônio quaternário, ou outros grupos funcionais na estrutura de siloxano e suas misturas.

10          42. Composição de acordo com a reivindicação 41, caracterizada pelo fato de que o outro grupo funcional é selecionado a partir do grupo consistindo em grupos de polietilenóxi e/ou polipropilenóxi opcionalmente contendo grupos C<sub>6</sub>-C<sub>24</sub> alquila, grupos amina substituídos ou não substituídos, grupos tiol, grupos alcoxilados, grupos hidroxila, e grupos aciloxialquila.

15          43. Composição de acordo com a reivindicação 41, caracterizada pelo fato de que o material de silicone é selecionado a partir do grupo consistindo em polialquilsiloxanos, poliarilsiloxanos, polialquilarilsiloxanos e suas misturas.

20          44. Composição de acordo com a reivindicação 43, caracterizada pelo fato de que o polialquilsiloxano é selecionado a partir do grupo consistindo em polidimetilsiloxano, polidimetilsiloxano hidroxilado no fim da cadeia e suas misturas.

25          45. Composição de acordo com a reivindicação 36, caracterizada pelo fato de que o tensoativo é aniónico, catiônico, anfotérico ou não iônico e suas misturas.

          46. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que ainda compreende pelo menos um outro ingrediente de uso doméstico ativo e é uma composição de cuidado doméstico.

30          47. Composição de acordo com a reivindicação 64, caracterizada pelo fato de que o ingrediente de uso doméstico ativo é selecionado a partir do grupo consistindo em agente repelente de inseto, agente desodorizador de animal de estimação, ingrediente ativo de xampu de animal de es-

timação, barra de grau industrial e ingrediente ativo de sabão líquido, ingrediente ativo de sabão de máquina de lavar louça, limpador para todas as finalidades, agente de desinfecção, agentes de alimentação de planta e de capim, agente de tratamento de água, ingrediente ativo de limpeza de tapete pequeno e de tapeçaria, ingrediente ativo de amaciante de lavanderia, ingrediente ativo de detergente de lavanderia, agente de limpeza de vaso sanitário, agente de colagem de pano, agente de coleta de poeira, agente anti-redeposição, agente de limpeza têxtil, agente amaciante, antiestático e lubrificante.

48. Composição de acordo com a reivindicação 64, caracterizada pelo fato de que compreende pelo menos um ingrediente adicional selecionado a partir do grupo consistindo em colorante, conservante, antioxidante, agente de alvejamento, aumentador de atividade, emulsificador, polímero funcional, agente de viscosificação, álcool, composto graxo ou de gordura, óleo, tensoativo, fragrância, agente de suspensão, material de silicone e suas misturas.

49. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que ainda compreende pelo menos um outro ingrediente de cuidado pessoal ativo e é uma composição de cuidado pessoal.

50. Composição de acordo com a reivindicação 67, caracterizada pelo fato de que o ingrediente ativo de cuidado pessoal é selecionado a partir do grupo consistindo em perfumes, refrigerantes de pele, emolientes, umidificador, desodorantes, ingredientes ativos antitranspirantes, agentes de umidificação, agentes de limpeza, ingredientes ativos de proteção solar, agentes de tratamento de cabelo, agentes de cuidado oral, agentes adesivos de dentadura, ingredientes ativos de barbear, auxiliares de beleza, e ingrediente ativo de cuidado de unha.

51. Composição de acordo com a reivindicação 67, caracterizada pelo fato de que é um produto selecionado a partir do grupo consistindo em cuidado de cabelo, cuidado de pele, cuidado de sol, cuidado de unha e cuidado oral.

52. Composição de acordo com a reivindicação 69, caracterizada pelo fato de que o produto é um produto de cuidado de cabelo compre-

endendo um agente de condicionamento selecionado a partir do grupo consistindo em materiais silicone, óleos de hidrocarboneto, pantenol, ácido pantotênico e suas misturas.

53. Composição de acordo com a reivindicação 69, caracterizada pelo fato de que o produto é um produto de cuidado de pele compreendendo um agente de condicionamento selecionado a partir do grupo consistindo em materiais de silicone, óleos de hidrocarboneto, pantenol, ácido pantotênico e suas misturas.

54. Composição de acordo com a reivindicação 71, caracterizada pelo fato de que o produto de cuidado de pele compreende um agente emoliente selecionado a partir do grupo consistindo em hidrocarbonetos e álcoois polihídricos.

55. Composição de acordo com a reivindicação 69, caracterizada pelo fato de que o produto é o produto de cuidado de cabelo ou produto de cuidado de pele compreendendo até 99% em peso com base na composição total do polissacarídeo oxidado e catiônico.

56. Composição de acordo com a reivindicação 67, caracterizada pelo fato de que é um produto de cuidado pessoal que ainda compreende pelo menos um ingrediente adicional selecionado a partir do grupo consistindo em colorante, conservante, antioxidante, ácido alfa- ou beta-hidróxi, aumentador de atividade, emulsificador, polímero funcional, agente de viscosificação, álcool, composto graxo ou de gordura, composto antimicrobiano, piritina de zinco, material de silicone, anticaspa, polímero de hidrocarboneto, emoliente, óleo, tensoativo, sabor, fragrância, medicamentos, agentes rejuvenecedores, agentes de suspensão, biocidas de estabilização e suas misturas.

57. Composição de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que ainda compreende água em uma quantidade de 1 a 99% em peso da composição total.

58. Composição de cuidado pessoal ou cuidado doméstico, caracterizada pelo fato de que compreende pelo menos um polissacarídeo oxidado e catiônico apresentando um peso molecular médio de 42.030 a 1.000.000, e apresentando um teor de funcionalidade de aldeído de pelo

menos 0,001 meq/gram do polissacarídeo, em que a composição de cuidado pessoal ou cuidado doméstico contendo 4,55% em peso do polissacarídeo oxidado e catiônico apresenta uma transmitância de luz de 71,6% a um comprimento de onda de 600 nm em uma solução aquosa.

5           59. Composição de cuidado pessoal ou cuidado doméstico, caracterizada pelo fato de que compreende pelo menos um polissacarídeo oxidado e catiônico apresentando um peso molecular médio de 42.030 a 1.000.000, e apresentando um teor de funcionalidade de aldeído de pelo menos 0,001 meq/gram do polissacarídeo, em que a composição de cuidado pessoal ou cuidado doméstico contendo 7,27% em peso do polissacarídeo oxidado e catiônico apresenta uma transmitância de luz de 62% a um comprimento de onda de 600 nm em uma solução aquosa.

10           60. Composição de cuidado pessoal ou cuidado doméstico, caracterizada pelo fato de que compreende pelo menos um polissacarídeo oxidado e catiônico apresentando um peso molecular médio de 42.030 a 1.000.000, e apresentando um teor de funcionalidade de aldeído de pelo menos 0,001 meq/gram do polissacarídeo, em que a composição de cuidado pessoal ou cuidado doméstico contendo 9,10% em peso do polissacarídeo oxidado e catiônico apresenta uma transmitância de luz de 57,7% a um comprimento de onda de 600 nm em uma solução aquosa.

15           61. Composição de cuidado pessoal ou cuidado doméstico, caracterizada pelo fato de que compreende pelo menos um polissacarídeo oxidado e catiônico apresentando um peso molecular médio de 42.030 a 1.000.000, e apresentando um teor de funcionalidade de aldeído de pelo menos 0,001 meq/gram do polissacarídeo, em que a composição de cuidado pessoal ou cuidado doméstico contendo 13,64% em peso do polissacarídeo oxidado e catiônico apresenta uma transmitância de luz de 43,5% a um comprimento de onda de 600 nm em uma solução aquosa.

20           62. Composição para condicionar superfície, caracterizada pelo fato de que compreende uma composição, como definida na reivindicação 1, em que as superfícies são selecionadas a partir do grupo consistindo em pele, pelo ou cabelo, proteína, poliéster, celulose, papel, e substratos têxteis.

## RESUMO

Patente de Invenção: "**COMPOSIÇÕES DE CUIDADO PESSOAL OU CUIDADO DOMÉSTICO E COMPOSIÇÃO PARA CONDICIONAR SUPERFÍCIE**".

5 A presente invenção refere-se a um polissacarídeo oxidado, catiônico ou seu derivado que tem um peso molecular médio (Pm) tendo um limite inferior de 50.000 e um limite superior de 1.000.000 e um teor de funcionalidade de aldeído de pelo menos 0,001 meq/gram é usado em composições de cuidado pessoal e de cuidado doméstico. Este polissacarídeo oxidado, catiônico é preparado em processos contínuo ou por batelada usando-se reagentes hidrolíticos, reagentes de oxidação ou mistura de reagentes hidrolíticos e reagentes de oxidação. Composições de cuidado pessoal ou de cuidado doméstico são preparadas por adição do polissacarídeo oxidado, catiônico a uma composição de cuidado pessoal ou de cuidado doméstico 10 contendo pelo menos um ingrediente ativo outro que não o polissacarídeo oxidado, catiônico desta invenção.

15